

Resumen

La meta de este proyecto es estudiar la fragilización de un acero dúplex SAF 2507 con principales elementos de aleación en las proporciones siguientes: 24,8 % Cr, 6,89 % Ni, 3,83% Mo y 0,27 % N.

Las muestras a estudiar han sido sometidas a diferentes tratamientos térmicos, la tabla siguiente da un resumen:

Tabla 1: designación de las muestras usadas en el proyecto:

Nombre	Tratamiento
750-A-1	Mantenido 1 hora a 750°C y templado al aire.
650-W-15	Mantenido 15 minutos a 650°C y templado en agua.
650-A-1	Mantenido 1 hora a 650°C y templado en aire.
600-A-3	Mantenido 3 horas a 600°C y templado en aire.

La caracterización se hace con el estudio de las propiedades mecánicas mediante ensayos de nanoindentación y por la técnica del punzonado de probetas pequeñas. Se obtiene así las durezas y módulos elásticos de las dos fases principales del Acero Inoxidable Dúplex (AID) de última generación SAF 2507: austenita y ferrita. También en este estudio se comparan las resistencias máximas y elásticas del material así como las deflexiones máximas.

Los valores de límite elástico y de resistencia se han obtenido para todas las muestras mediante un ensayo de punzonado de probetas pequeñas, utilizando expresiones que los relacionan con valores característicos de carga y desplazamiento en ensayos SPT.



Los valores de dureza y módulos elásticos son proporcionados por la máquina de nanoindentación.

Los resultados muestran que los valores de módulos elásticos son aproximadamente los mismos para la austenita y la ferrita alrededor de 200 Gpa, y casi no se ven afectados por el tratamiento térmico ya que de un material a otro no existen variaciones significativas. Cuando se trata de dureza, el 600-A-3 es la muestra más dura y teniendo un valor mínimo de deflexión máxima de 0,25, seguido por el 750-A-1, el 650-A-1 y el 650-W-15 que poseen valores cercanos. Hay que destacar que la dureza de la austenita es superior a la de la ferrita en nuestro material.

El 600-A-3 presenta las mejores propiedades de resistencia máxima y elástica mientras que el 750-A-1 se ve muy perjudicado por la temperatura en un tratamiento térmico a 750°C. La principal razón es la aparición de fase s, muy probable a esta temperatura, lo cual le confiere unas propiedades mecánicas de resistencia pobres. El 650-W-15 y el 650-A-1 tienen valores medios cercanos entre estos dos extremos.



OBJETIVOS:

Los objetivos de este proyecto son de estudiar la influencia de los tratamientos térmicos sobre las propiedades mecánicas de un acero dúplex SAF 2507. El estudio se hace mediante ensayos de Small Punch Test que es un ensayo que permite obtener una estimación del límite elástico (σ_y), de la resistencia mecánica (σ_m) y de la deflexión máxima (d^*). Después se utilizan ensayos de nanoindentaciones para obtener las durezas de las fases de austenita y de ferrita del acero dúplex. Al fin, las observaciones en el Microscopio Electrónico de Barrido permiten un análisis fractográfica para evaluar la fragilidad del material punzonado.



RESUMEN	1
OBJETIVOS:	3
INTRODUCCIÓN	7
CAPÍTULO 1-TEORÍA	9
1.1. Composición química y papel de los elementos de aleación.....	9
1.1.1. Composición química.....	9
1.1.2. Papel de los elementos de aleación	9
1.1.3. Metalurgia de los aceros dúplex.....	15
1.2. Propiedades de los aceros dúplex	17
1.2.1. Resistencia a la corrosión.....	17
1.2.2. Propiedades mecánicas de los aceros dúplex.....	19
1.2.3. Fases observadas en aceros dúplex.....	20
1.3. Acero estudiado	26
1.3.1. Definición.....	26
1.3.2. Aspecto microestructural	26
1.3.3. Propiedades mecánicas	28
1.4. Aplicaciones	30
CAPÍTULO 2-TÉCNICA EXPERIMENTAL	31
2.1 Preparación de las muestras.....	31
2.1.1 Corte.....	31
2.1.2 Pulido.....	32
2.1.3 Ataque.....	33
2.2 Ensayos mecánicos: Nanoindentación.....	35
2.2.1 Introducción	35
2.2.2 Modulo elástico.....	37
2.2.3 Dureza.....	37
2.3 Ensayos mecánicos: Small Punch Test.....	37
2.3.1 Introducción	37
2.3.2 Análisis de datos	39
CAPÍTULO 3-RESULTADOS Y DISCUSION	43
3.1 600-A-3.....	43
3.1.1 Datos mecánicos del SPT	44
3.1.2 Caracterización de la fase austenítica.....	47



3.1.3	Caracterización de la fase ferrítica	50
3.2	650-A-1.....	52
3.2.1	Datos mecánicos del SPT	52
3.2.2	Caracterización de la fase austenítica.....	55
3.2.3	Caracterización de la fase ferrítica	58
3.3	750-A-1.....	60
3.3.1	Datos mecánicos del SPT	61
3.3.2	Caracterización de la fase austenítica.....	64
3.3.3	Caracterización de la fase ferrítica	67
3.4	650-W-15	70
3.4.1	Datos mecánicos del SPT	70
3.4.2	Caracterización de la fase austenítica.....	72
3.4.3	Caracterización de la fase ferrítica	75
3.5	Análisis fractográfica	78
3.5.1	600-A-3	78
3.5.2	650-A-1	79
3.5.3	750-A-1	80
3.5.4	650-W-15.....	81
3.6	DISCUSION	82
CONCLUSIÓN		87
AGRADECIMIENTOS.....		89
BIBLIOGRAFÍA.....		91





Introducción

Los Aceros inoxidables son una gama de aceros con muy buena resistencia a la corrosión, la razón de esta buena resistencia en medio ambiental reside en la adición de cromo. A partir de la adición de aproximadamente 12% de cromo, se forma una capa uniforme, continua adherente y muy delgada de óxidos de cromo (Cr_2O_3), que, junto con algunos otros óxidos como el de hierro, pasiva la superficie del acero.

La adición de sólo 12% de cromo proporciona únicamente una resistencia limitada a la corrosión en medios poco agresivos, como por ejemplo ambientes húmedos, o agua dulce. Para aumentar esta resistencia se aumenta la cantidad de cromo y se añaden otros elementos de aleación, que al mismo tiempo mejoran las propiedades mecánicas del material. El objetivo era buscar una buena combinación de resistencia a la corrosión y buenas propiedades mecánicas.

Para esta finalidad, en la década 1930-40, se han desarrollado nuevos aceros inoxidables austenito-ferríticos para así poder acometer con éxito los nuevos retos tecnológicos. Debido a sus estructuras bifásicas se los llaman “aceros dúplex” que a partir de ahora los llamaremos AID (Aceros Inoxidables Dúplex) para abreviar. Los aceros súper dúplex 25-07 forman parte de los dúplex de tercera generación, con 25% de cromo, 7% de níquel y contenidos de nitrógeno superiores a 0,2%. Tienen una muy buena combinación de propiedades mecánicas con resistencia a la corrosión, pero tienen el problema que se le forman muchos tipos de precipitados y fases intermetálicas cuando se los exponen a temperaturas mayores de 300°C, tales como las fases α' , G, R, p, χ , e entre 300 y 650°C, y las fases γ' , carburos y nitruros de cromo por encima de 650°C. Estas fases perjudican tanto la resistencia a la corrosión como las propiedades mecánicas, incluso para bajos porcentajes de precipitación. El objetivo de este proyecto es estudiar el fenómeno de fragilización de los aceros dúplex mediante tratamiento térmicos, controlando los siguientes parámetros: tiempo de tratamiento, temperatura, y velocidad de enfriamiento.

Subdividiremos este informe en tres grandes partes, empezaremos por una primera parte de teoría para recordar las bases sobre los aceros dúplex, en esta parte hablaremos de la resistencia, de las propiedades generales y de las diferentes fases observadas de los aceros dúplex.

La segunda parte tratará de los diferentes experimentos realizados durante el proyecto y la tercera serán los resultados y discusión antes de dar la conclusión en la parte final de este proyecto.





Capítulo 1-TEORÍA

1.1. Composición química y papel de los elementos de aleación

1.1.1. Composición química

En la tabla siguiente se puede ver la casi totalidad de los elementos que entran en la composición de los diferentes aceros inoxidables. Los elementos nocivos, en cantidades apreciables, pueden disminuir la resistencia a la corrosión o la resistencia mecánica.

Elementos básicos	Fe, Cr, Ni, Mo, N
Elementos importantes (>0,5%)	Mn, Si, Cu, Ti, Nb, Al, W, V, Co
Elementos menores (<0,5%)	B, Ce, S, Se, Te
Elementos nocivos	C, S, P, Si, Co, O, H, metales de bajo punto de fusión (Sn, Zn, Pb)

1.1.2. Papel de los elementos de aleación

En esta parte, hablaremos principalmente de los dos elementos determinantes de aleación, es decir el Cromo y el Níquel.

1.1.2.1. El cromo

El cromo es uno de los elementos que dan al acero su carácter inoxidable, pero no es el único, en efecto otros elementos como el Molibdeno, el nitrógeno, el silicio (alfágeno como el cromo), el Níquel, el manganeso y el cobre también afectan a las propiedades de resistencias a la corrosión de los aceros inoxidables.

Si consideramos el Cromo como un elemento determinante de aleación de los aceros inoxidables, es primordial analizar el diagrama Fe-Cr representado en la figura 1.1.

El cromo es un elemento alfágeno, entonces aumenta la zona α y disminuye la zona γ .



En el diagrama Fe-Cr se observa que para porcentajes de cromo inferiores a 12% puede ocurrir una transformación de fase $\alpha \rightarrow \gamma$, aunque para porcentajes superiores no se observara esta transformación a partir de 13% de cromo (por lo menos hasta ~25% Cr), manteniendo así la microestructura α . Por eso este material no permite la regeneración de granos por medio de tratamientos térmicos.

Por otra parte, se observa en el diagrama que entre 12 y 13% de cromo, aparece una zona bifásica $\alpha + \gamma$ a temperaturas alrededor de 1000°C, la microestructura correspondiente es de tipo austenito-ferrítica. Otra zona de interés es la zona alrededor de los 45 % de Cromo, se puede observar la existencia y coexistencia de la fase σ con la fase α (de 27% a 65%). El compuesto intermetálico resultante es soluble por sobre de 850°C, es una fase que provoca un endurecimiento del material y por consiguiente una fragilización del material además de bajar su resistencia a la corrosión.

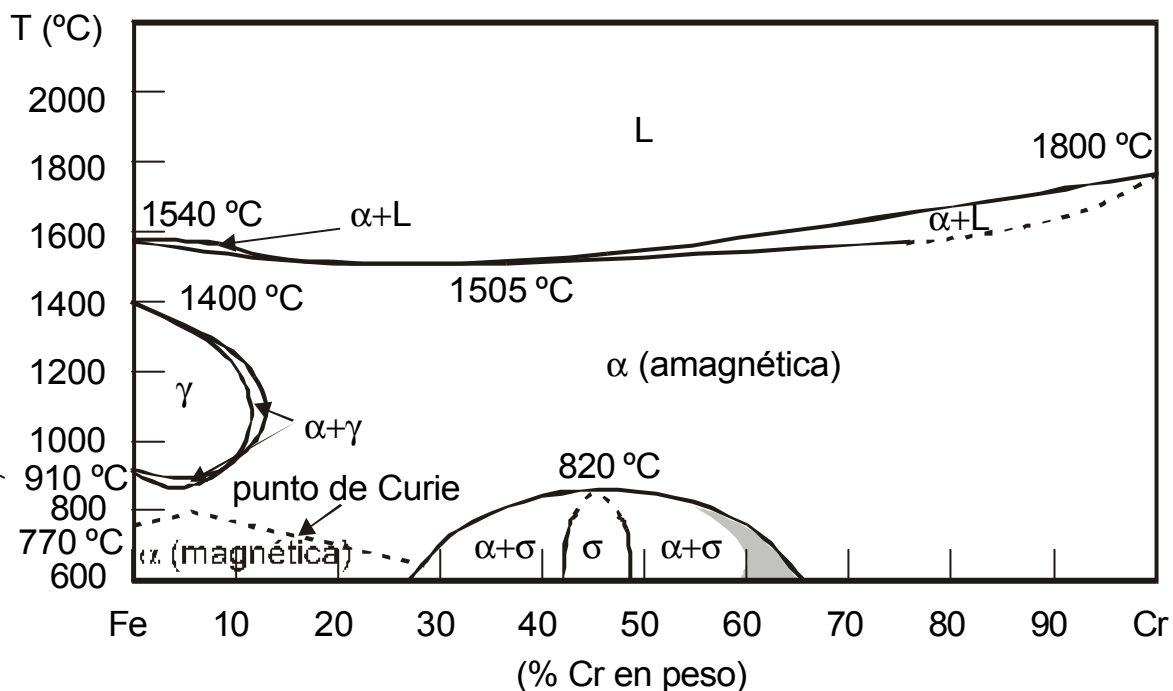


Figura 1.1 :diagrama FE-Cr



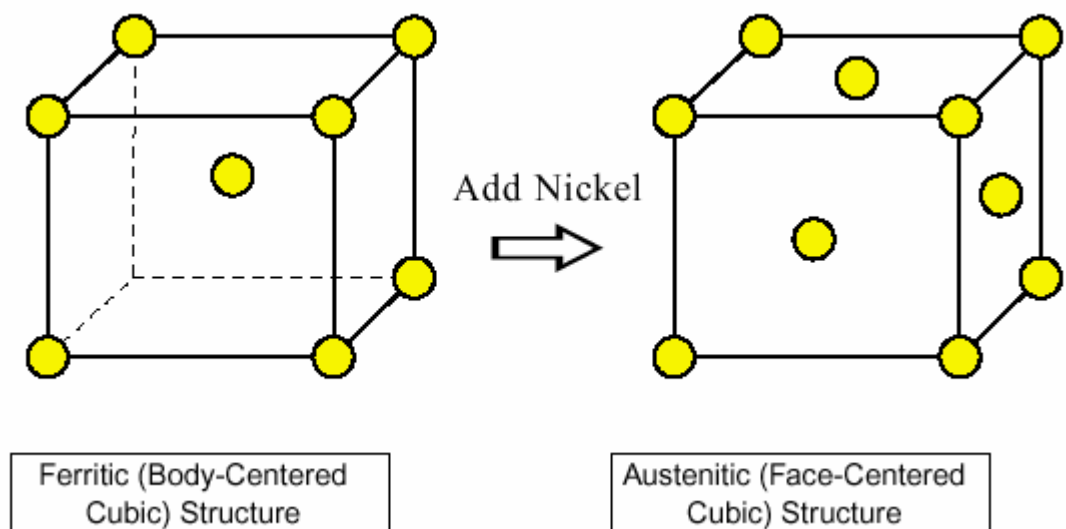
1.1.2.2. El nitrógeno

El nitrógeno aumenta la resistencia al pitting en aceros austeníticos y en los aceros dúplex. También aumenta de manera significativa la resistencia mecánica, en realidad es el más eficaz de los elementos de endurecimiento por solución sólida. La tenacidad también aumenta con la adición de nitrógeno. Además, este elemento retrasa bastante la formación de fases intermetálicas, permite así el procesamiento y la fabricación de los dúplex. Otro efecto positivo del nitrógeno es que aumenta la temperatura a la cual la austenita empieza a formarse a partir de la ferrita. En los aceros inoxidables de segunda generación, ese efecto permitía evitar el exceso de ferrita en la ZAT.

El nitrógeno es añadido también en los aceros dúplex con alto contenido en cromo y molibdeno para parar la tendencia que tienen a formar la fase sigma. En aceros dúplex el nitrógeno se añade casi hasta su límite de solubilización.

1.1.2.3. El níquel:

El Níquel es un estabilizador de fase austenita, eso quiere decir que la adición de este elemento a una aleación base hierro promueve un cambio en la estructura cristalina de aceros inoxidables de una estructura cúbica centrada (ferrita) a una estructura cúbica centrada en la cara (austenita). Los AID contienen un contenido intermedio de Níquel yendo de 4 a 7%. La adición de níquel retrasa la formación de fases intermetálicas en aceros dúplex pero su efecto es mucho menos eficaz que el del Nitrógeno. La estructura cúbica centrada en la cara es responsable del aumento de la tenacidad de los AID comparándoles a los aceros inoxidables ferríticos.



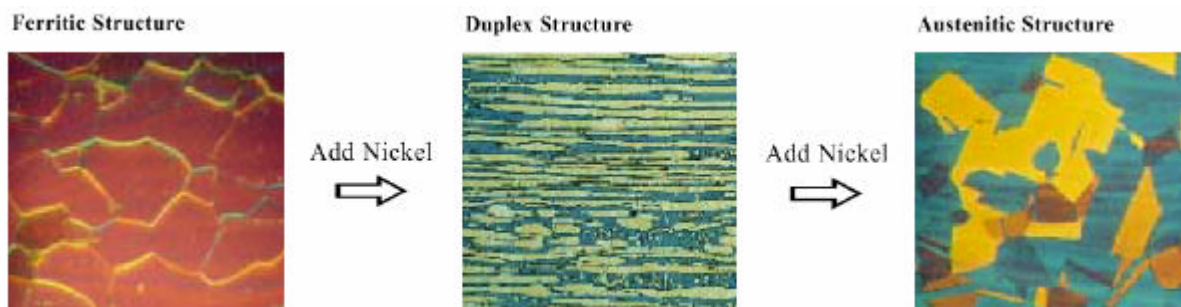


Figura 1.2 :influencia del Níquel

1.1.2.4. El molibdeno

Citamos también el Molibdeno que es un elemento alfégeno que estabiliza la ferrita y actúa sobre la pasividad y la resistencia mecánica los aceros inoxidables favoreciendo la formación de capa protectora en medios ricos en cloruros (cl). En medios a alto contenido en cloruros, si el contenido de molibdeno es al menos 18%, adiciones de molibdeno vuelven aproximadamente tres veces más efectivas que las adiciones de cromo contra el pitting. El molibdeno aumenta la tendencia a la formación de fases intermetálicas; por eso, suele ser restringido a contenidos inferiores a 4% en los AID.

1.1.2.5. Otros elementos

Existen otros elementos de aleación que modifican las propiedades de los aceros dúplex. El silicio por ejemplo es un elemento alfégeno que actúa de manera similar al cromo sobre la estructura., en efecto disminuye la zona gamma (?). Cabe destacar también el efecto estabilizador del Ti y del Nb que son elementos altamente alfégenos. Así pues, estos elementos juegan un papel de estabilización del contenido de cromo además de sus efectos estabilizador de fase ferrítica.

El Manganeso también forma parte de estos elementos, es gammágeno es decir aumenta la zona gamma (?) y estabiliza la austenita.

Cuando el acero contiene muchos elementos, el efecto global es una suma de los diferentes efectos individuales. Ahora bien, sabemos que los elementos más característicos de los aceros inoxidables son el Cromo, el *Molibdeno*, el *nitrógeno* y el *Níquel*, elementos alfégenos y gammágenos, estos últimos elementos permiten por eso la



coexistencia de ferrita y austenita en el seno del acero. El siguiente gráfico resume el efecto de los dos elementos mayores (Cr y Ni) sobre las familias de aceros inoxidables.

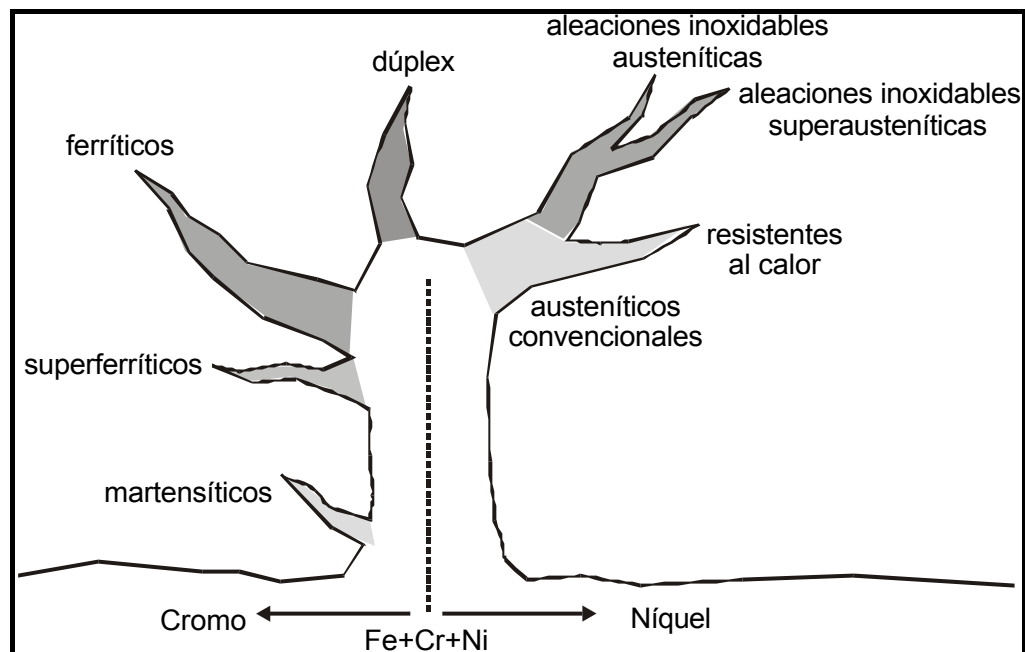


Fig. 1.3: diferentes familias de aceros inoxidables

El denominado Schaeffler representa en un solo gráfico (figura 1.4) el efecto combinado del Cromo y del Níquel tomando en consideración que cualquier otro elemento de aleación produce un efecto similar según que sea alfégeno o gammágeno. El señor Schaeffler calculó, a partir de la composición química (Fe, Cr y Ni) del elemento, expresiones y definió coeficientes para dar las proporciones de fase final. Sin embargo, aunque se ha demostrado experimentalmente que se acercan bastante a la realidad, hay que cuidar con los coeficientes de Schaeffler. El siguiente diagrama (fig. 1.4) muestra, en función del contenido de cromo y Níquel, las zonas de estabilidad de las diferentes fases de los aceros inoxidables, así como las de coexistencia de diferentes fases con sus proporciones. Este diagrama permite conocer de manera aproximativa las fases presentes y que van a ser en la ZAT (zona afectada térmicamente) bajo el cordón de la soldadura por revestimiento, sirve generalmente para soldaduras. Los coeficientes de Schaeffler y las expresiones de éste último no toman en cuenta los contenidos de Nitrógeno (gammágeno), Titanio, y Niobio (alfágenos). En nuestro acero, el Nitrógeno es un elemento importante, despreciar su efecto puede dar lugar a errores de interpretación, esto nos da una razón más para cuidar de los resultados que pueden dar este diagrama.



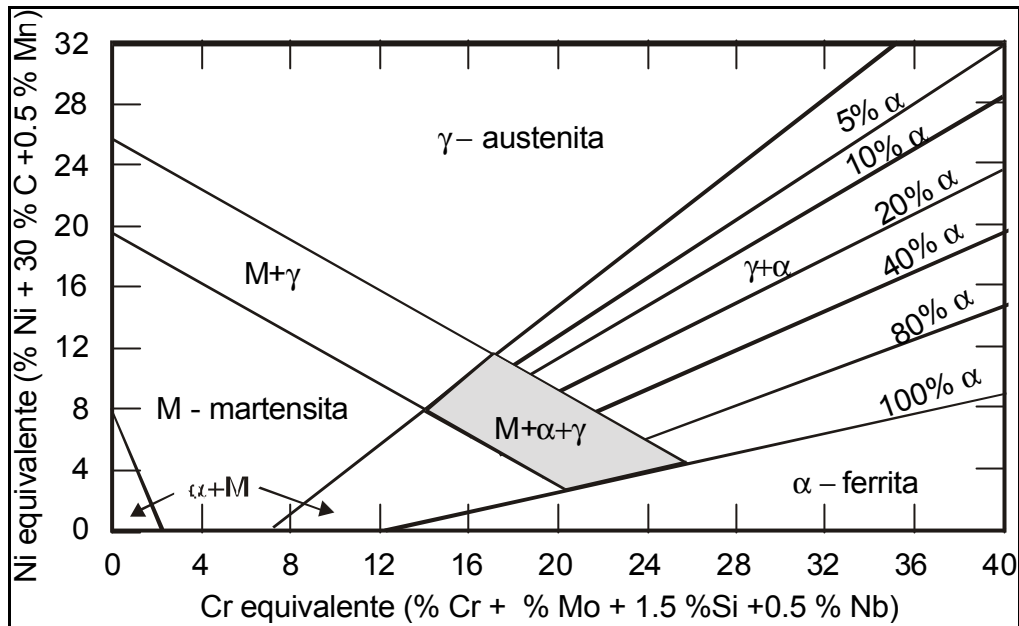


Fig.1.4: diagrama de Schaeffler

Otra versión del diagrama de Schaeffler es el diagrama de la Fig. 1.5, que es el de Schoefer, representando una versión simplificada del de Schaeffler de tal forma que el resultado final resume todo en solo una curva cuyas puntos determinan el porcentaje de ferrita presente en una aleación dúplex en función de la relación del equivalente de Cromo y Níquel (Eq_{Cr}/Eq_{Ni}). Es una aproximación muy aceptable dado que se consideran casi todos los elementos de aleación en la determinación de los equivalentes de Cromo y Níquel.



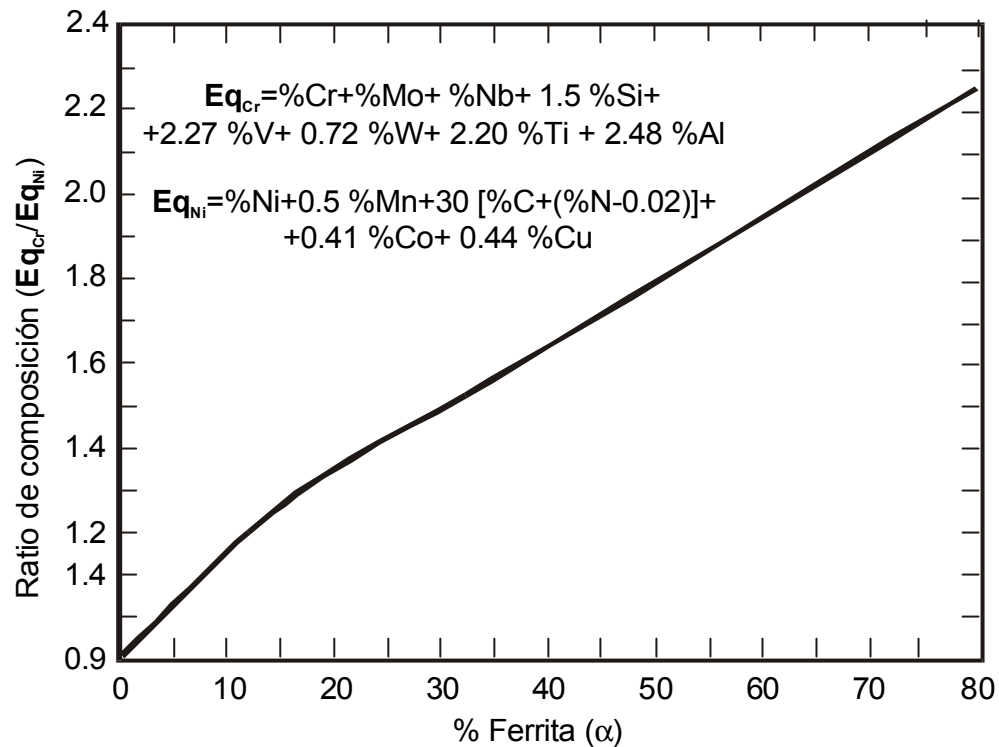


Fig1.5: diagrama de Schoefer

1.1.3. Metalurgia de los aceros dúplex

El diagrama ternario de fase hierro-cromo-níquel es el guía más adecuado para el comportamiento metalúrgico de los aceros inoxidables dúplex. Una sección del Diagrama ternario a 68% de hierro se ve en la figura 1.6, se ve en el diagrama que este tipo de aleación (con más de 20% de cromo), solidifica en ferrita. Cuando la temperatura alcanza aproximadamente $1200^{\circ}\text{C} \pm 200$, una parte de la ferrita se transforma en austenita. El efecto de una adición de nitrógeno se ve en gris en el gráfico. Termodinámicamente, la austenita se forma a partir de la ferrita, y durante el enfriamiento, a temperaturas bajas suelen aparecer a diferentes proporciones: carburos, nitruros, sigma y otras fases intermetálicas.

La cantidad de austenita y de ferrita presente después de la fabricación depende de la composición y de la historia térmica del acero. Pequeños cambios en la composición pueden dar lugar a grandes cambios en la fracción de volumen de estas dos fases como lo muestra la figura 1.6.



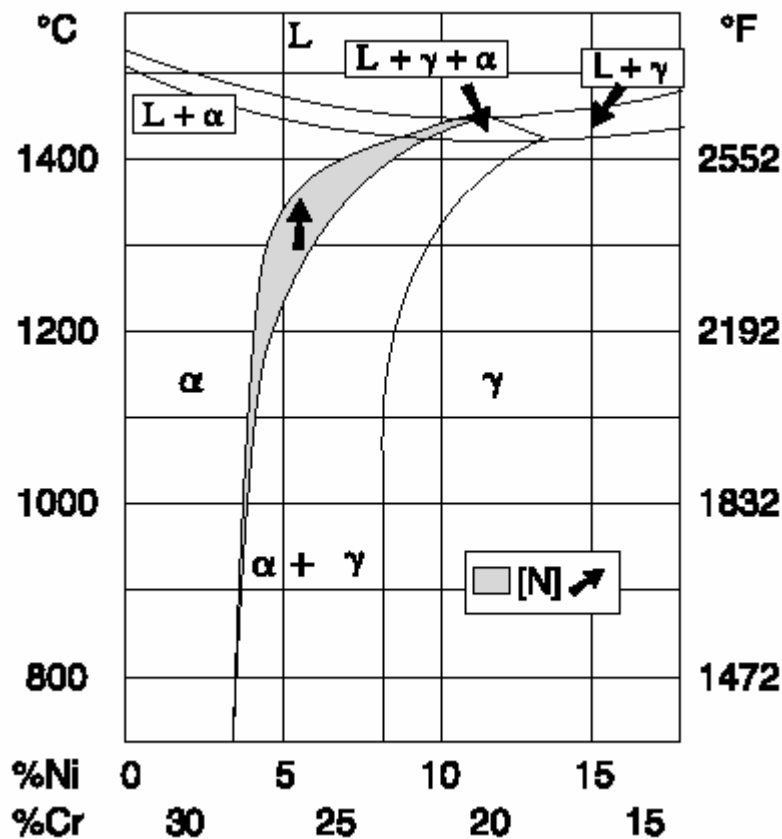


Figura 1.6 : diagrama ternario de fase hierro-cromo-níquel

El uso de nitrógeno en los AID significa que pueden aparecer nitruros de cromo en los bordes de grano d/d y en los bordes de grano d/?. Si se forman grandes cantidades de nitruros las zonas que han perdido mucho cromo no se recuperan durante el tratamiento de recocido, entonces la resistencia a la corrosión del acero bajar de manera significativa.

Fases perjudiciales como sigma, carburos y nitruros pueden formarse en algunos minutos a unas temperaturas relativamente definidas. Entonces para obtener las propiedades mecánicas y la resistencia a la corrosión deseadas, hay que tomar en cuenta las reacciones químicas de formación de estas fases durante los tratamientos térmicos.

En la figura 1.7, se ve un diagrama isotérmico de precipitación para AID 2304,2205, y el 2507. La precipitación de carburos y nitruros empieza en tiempos relativamente cortos (1 a 2 minutos). Es mas lento que con los aceros ferríticos y los aceros austeníticos altamente aleados, este efecto puede explicarse por la alta solubilidad del carbono y del nitrógeno de la fase austenita con poco Níquel y/o por el efecto de retraso de la precipitación de carburos del nitrógeno.



La aparición de precipitados de las fases sigma y chi se hace justo después de la de los carburos y nitruros. Las AID con más cromo, molibdeno y níquel que el 2205 verán aparecer fases chi y sigma más rápidamente, y los AID con menos elementos de aleación las verán aparecer de manera más lenta.

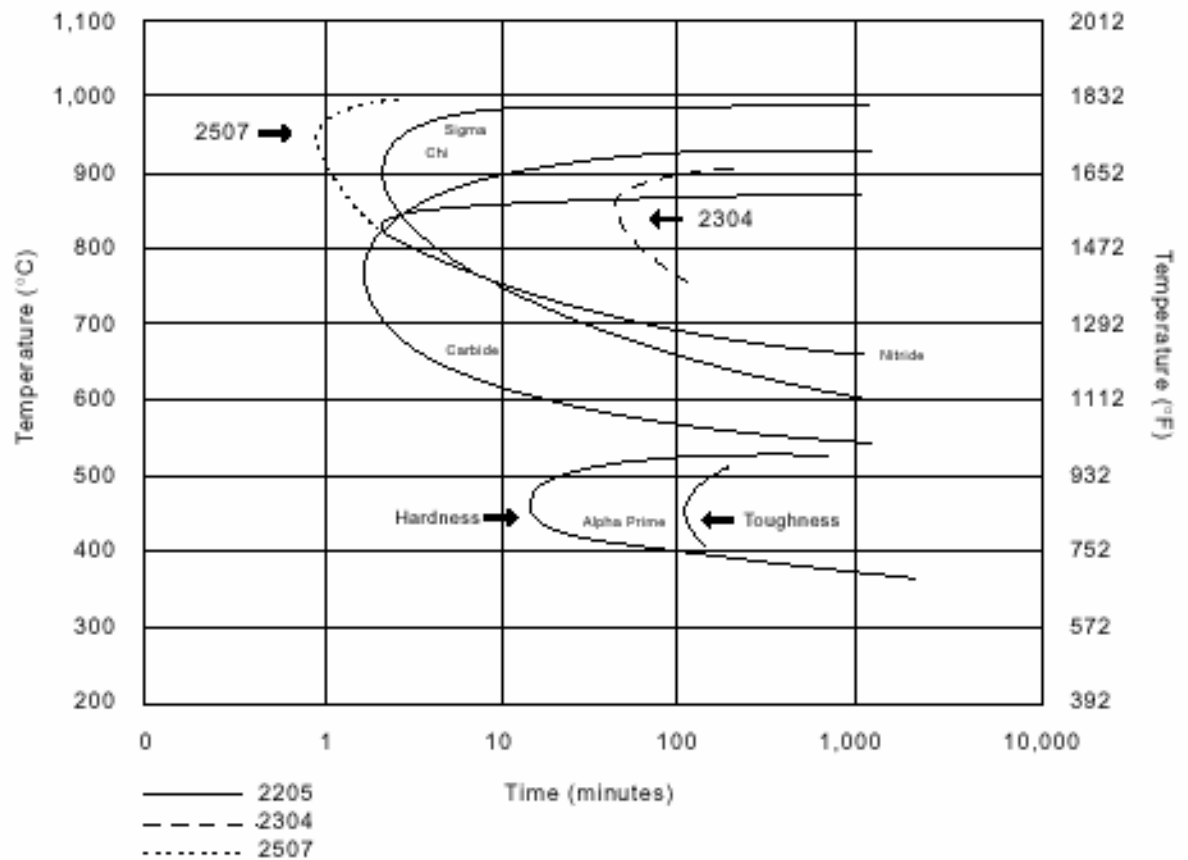


Figura 1.7: diagrama isotérmico de precipitación para AID 2304,2205,y 2507

1.2. Propiedades de los aceros dúplex

1.2.1. Resistencia a la corrosión

La adición de sólo un 12% de cromo proporciona únicamente una resistencia a la corrosión en medios poco agresivos, ambiente húmedo, agua dulce. Para aumentar esta resistencia se aumenta la cantidad de cromo y se añaden otros elementos, con lo que al mismo tiempo mejoran las propiedades mecánicas del material.



Un acero “normal” en un medio relativamente oxidante se oxida y se forma óxido de hierro en su superficie. Si esta capa se queda en la superficie, el fenómeno de oxidación sigue avanzado hasta que el acero sea totalmente corroído. Los aceros inoxidable también se oxidan, pero la capa que se forma es particular en el sentido que es una fina película de óxidos (el principal es el de cromo) muy densa que protege el material contra la oxidación continua (ver fig. 2.1), si se elimina esta capa protectora del acero inoxidable, se forma otra inmediatamente al combinarse el cromo y los otros elementos con el oxígeno de la atmósfera.

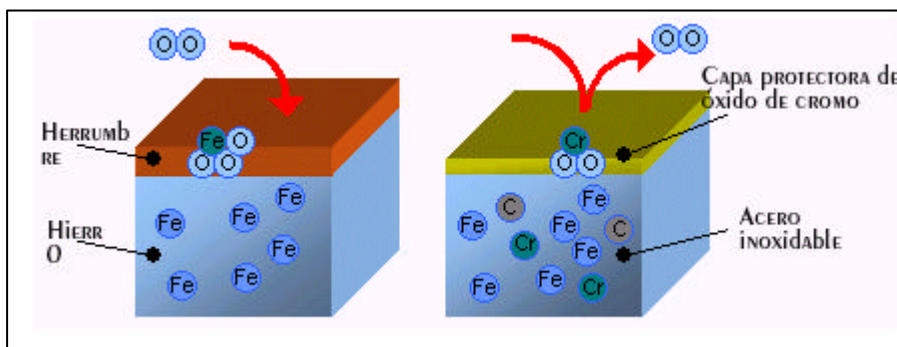


Fig.1.8: capa protectora de un acero inoxidable

Los casos mas conocidos de corrosión son los siguientes:

-*Por picaduras*: que aparece casi siempre en medios muy poco agresivos desde el punto de vista de la corrosión generalizada, de modo que, muy a menudo, la superficie del acero permanece inalterada y brillante en su mayor parte, localizando el ataque únicamente en los puntos de las picaduras. Los agentes causantes de esta corrosión son: F^- , Cl^- , Br^- .

-*Corrosión intergranular*: que provoca el desprendimiento de los granos y va progresando hacia el interior del metal.

Este tipo de corrosión puede tener diferentes orígenes:

- precipitación de carburos de Cr, Ti, Nb.
- precipitación de fases intermetálicas.
- Medios ácidos fuertemente oxidantes.



-*Corrosión bajo tensiones*: provocando un agrietamiento transgranular y intragranular. El nivel crítico de tensiones es bastante inferior al límite elástico del acero a la temperatura involucrada.

1.2.2. Propiedades mecánicas de los aceros dúplex

1.2.2.1. Resistencia a la tracción

La tensión a rotura de los Aceros Inoxidables Dúplex se sitúa entre dos y tres veces la del austenítico grado AISI 304. La ferrita generalmente es más resistente que la austenita pero menos dúctil, esto es verdad para el mismo contenido intersticial. No es necesariamente el caso en todos los AID, por ejemplo en los AID con nitrógeno, este último se dispersa en la austenita de manera tal que, al final la austenita resulta más resistente que la ferrita. Ya que el AID contiene ferrita y austenita se podría esperar que las propiedades sigan una ley lineal de mezcla. Es aproximadamente el caso para la elongación pero cuando se trata de resistencia a la tracción, la ley es mucho más complicada ya que depende fuertemente del tamaño del grano, el cual es más pequeño en los AID. Una serie de aleaciones de 100 % ferrita a 100% austenita han sido producidos y investigados mecánicamente. Cuando el efecto del tamaño del grano fue compensado, se podía concluir que la resistencia de la aleación 60% ferrita / 40 % austenita era controlada esencialmente por la ferrita, el componente mas fuerte generalmente, veremos más adelante que no es el caso por ejemplo en nuestro AID 2507. Sin embargo, había una contribución nada despreciable del tamaño del grano. Eso implica que en práctica, la aleación dúplex tiene más resistencia que sus constituyentes.

En el párrafo pasado, hemos hablado de una ferrita más resistente que la austenita,. En los Súper AID, el aumento de resistencia es conseguido por endurecimiento por solución sólida por los elementos de sustitución cromo y molibdeno, y el elemento intersticial nitrógeno. Se puede concluir de toda esta parte que el aumento de resistencia por adición de elementos de aleación es un efecto directo del endurecimiento por solución sólida del Cromo, nitrógeno y nitrógeno.



1.2.2.2. Tenacidad

Se debe destacar que la transición dúctil-frágil para los AID en el estado templado del material ocurre a -60°C o menos, lo que es satisfactorio para la mayoría de las aplicaciones. Cuando han sufrido deformación en frío, los AID suelen presentar anisotropía de propiedades mecánicas. En una chapa de 22Cr-5Ni-3Mo de acero la textura era en (100) [001] en ferrita y $\{110\} \langle 112 \rangle$ en austenita, siendo este el factor determinante por el cual los valores de tenacidad al impacto y tenacidad a la fractura son más elevadas en la dirección transversal que en la dirección longitudinal.

1.2.2.3. Resistencia a la fatiga

Los AID tienen mayor resistencia a la fatiga que los aceros austeníticos, por otra parte, sin tener en consideración los mecanismos de corrosión, los AID muestran un límite de fatiga bien definido cuando son sometidos a ensayos de corrosión bajo tensión. Hay que destacar que el valor de resistencia a la fatiga depende directamente del límite elástico. Eso se explica de la siguiente manera: en muchos casos la tensión máxima en cada ciclo de fatiga será aproximadamente igual al límite elástico. A este nivel de tensión, la deformación plástica es suficiente para causar la iniciación de pequeñas fisuras por fatiga en inclusiones, bandas de deslizamiento persistentes, o bordes de granos. Las propiedades de fatiga también suelen ser fuertemente dependiente de la orientación del eje de tensión.

1.2.3. Fases observadas en aceros dúplex

Aparte de las fases de ferrita y austenita, después de los tratamientos térmicos, una gran variedad de fases secundarias no deseadas suelen formarse en el rango de temperatura 300°C - 1000°C . Eso es esencialmente una consecuencia de la inestabilidad de la ferrita. Las siguientes fases han sido observadas: fase σ , Cr_2N , CrN , austenita secundaria, fase χ , fase R, fase π , M_7C_3 , M_{23}C_6 , Cu, y fase τ . Además, puede ocurrir descomposición espinodal de la ferrita en el rango 300°C - 500°C . De las fases citadas, la fase σ tiene una gran influencia en la tenacidad y en la corrosión del material, es la más perjudicial y por eso la más importante. A continuación vamos a estudiar caso por caso las fases que pueden aparecer en nuestro acero tratado hasta una temperatura máxima de 750°C . En la tabla 1.1 se puede ver una descripción de estas fases con el rango de temperatura de precipitación, fórmula química y parámetro de red.



Tabla 1.1: descripción de las principales fases del SAF 2507

Precipitado	Fórmula química	Rango de temperatura(°C)	Parámetro de red (?)
s	Fe-Cr-Mo	600-1000	a=0.879,c=0.454
Nitruros de cromo	Cr ₂ N	700-900	a=0.480,c=0.447
Nitruros de cromo	CrN	-	a=0.413-0.447
?	Fe ₃₆ Cr ₁₂ Mo ₁₀	700-900	a=0.892
R	Fe-Cr-Mo	550-650	a=1.090,c=1.934
p	Fe ₇ Mo ₁₃ N ₄	550-600	a=0.647
t	ND	550-650	a=0.405,b=0.484,c=0.286
M ₇ C ₃	-	950-1050	a=0.452,b=0.699,c=1.211
M ₂₃ C ₆	-	600-950	a=1.056-1.065

ND: no determinado

1.2.3.1. Fase s

La fase s es bien conocida por formarse en muchos AID, la mayor cantidad de Cromo y Molibdeno en nuestro acero acentúa este fenómeno relativamente a los AID convencionales. De esta manera las curvas “C” de la fase s se desplazan en los tiempos cortos. El Molibdeno es conocido también por aumentar el rango de estabilidad de la fase s a temperaturas superiores. La fase s afecta directamente la ductilidad del material, entonces todos estos efectos deben ser tenidos en cuenta durante la producción. La precipitación de fase s suele ocurrir en los puntos triples o en bordes de granos de ferrita/austenita.

El Cromo, Molibdeno y el Silicio se encuentran en cantidades relativamente altas en la fase s, eso ha sido demostrado por análisis químicos cuantitativos. Hay que destacar también que el Cromo y el Molibdeno aumentan la velocidad de precipitación y el volumen de fracción de la fase s en muchos AID. Como los súper AID son mas ricos en estos



elementos que los AID convencionales, son mas sensibles a este factor de velocidad de enfriamiento y dado a eso se les debe realizar un tratamiento de enfriamiento más rápido. Un factor que hay que tomar en consideración en el trabajo en caliente (hot working) es que la deformación acelera la formación de fase s.

Es importante saber que la formación de la fase depende fuertemente del tratamiento térmico que sufre el AID, en este sentido, una solución es aumentar el volumen de fracción de la ferrita que después será diluido con los elementos de base de la ferrita. El retraso puede ser en casos extremos tan grande como con un factor de cinco. Mientras la formación de fase s se evita por enfriamiento a partir de temperaturas altas, las condiciones de precipitaciones de nitruros Cr_2N son más favorables; lo que complica el tratamiento térmico para AID aleados con nitrógeno. Eso será el tema de la sección siguiente.

1.2.3.2. Nitruros de Cromo

El fenómeno de precipitación de nitruros de Cromo se ha vuelto más y más importante en el rango de temperatura 700-900°C con el uso creciente de nitrógeno como elemento de aleación en los AID, y en los súper AID en particular. La precipitación de Cr_2N en AID suele ocurrir cuando se hace un enfriamiento rápido a partir de temperaturas altas porque como consecuencia hay sobresaturación de nitrógeno en la ferrita. En este caso, partículas alargadas de Cr_2N suelen precipitar de forma intragranular con la relación cristalográfica siguiente $\langle 0001 \rangle_{\text{Cr}_2\text{N}} \langle 011 \rangle_{\text{d}}$. Un tratamiento isotérmico en el rango de temperaturas 700-900°C da generalmente lugar a la precipitación intergranular de Cr_2N , que suele ser en bordes de granos de d/d o $?/d$. Además la formación de precipitados de nitruros tiene mala influencia y puede facilitar la corrosión por picaduras.

1.2.3.3. Austenita secundaria

La descomposición de la ferrita en austenita puede ocurrir en un largo rango de temperaturas. Eso puede explicarse por el hecho que la estructura dúplex es templada a partir de una temperatura alta, a la cual la fracción de equilibrio de la ferrita δ es mayor que a bajas temperaturas. Existen tres mecanismos (aparte del de la transformación directa de la ferrita a la austenita que ocurre a muy altas temperaturas) por los cuales la austenita puede precipitar en ferrita d.

Por una reacción eutectoide $\delta \rightarrow \sigma + \gamma$

Como precipitados de Widmannstätten.



Por un proceso de formación Martensita por corte.

La reacción eutectoide es facilitada por la rápida difusión en bordes de granos δ/γ y suele resultar en una estructura típica de fase γ y austenita en los granos primarios de ferrita. Eso ocurre generalmente en el rango de temperaturas 700-900°C, en el cual la fase δ es desestabilizada por la precipitación de la fase γ , reduciendo el contenido de Cromo y Molibdeno en la ferrita.

La austenita secundaria formada en los bordes de granos δ/γ resulta ser pobre en Cromo, particularmente cuando hay precipitados de Cr_2N al mismo tiempo. Esto explica porque en estas zonas se ven más picaduras y muestra también porque pueden aparecer problemas de picaduras no obstante la presencia de una cantidad despreciable de fase γ .

1.2.3.4. Fase ϵ

Aunque la fase intermetálica ϵ suele aparecer en el rango de temperaturas 700-900°C en los AID, aparece en cantidades más pequeñas que la fase γ . La “nariz” de la curva C aparece generalmente a temperaturas más bajas que para la fase γ . Por ejemplo, en SAF 2507 aquella temperatura es de 850°C, lo que es 75°C por debajo de la de la fase γ en el mismo AID. La fase ϵ tiene efecto en la tenacidad y las propiedades de corrosión pero ya que coexisten frecuentemente, sus efectos son muy difíciles de distinguir con aquellos de la fase γ . Su fracción de volumen es inferior al de la fase γ , tiene entonces menos efecto, pero su efecto no se puede ignorar.

Por debajo de las curvas C de la fase γ de un acero SAF 2507, las temperaturas críticas en las cuales empiezan las picaduras pueden ser pequeñas aunque no existe virtualmente ninguna fase γ . Precipitados de fase ϵ son responsables de esto, porque consumen Cromo y Molibdeno y la austenita secundaria que se forma simultáneamente se encuentra pobre en estos elementos.

La fase ϵ que se forma, por supuesto, puede ser identificada por difracción de electrones en el TEM. Sin embargo, datos mucho más útiles de la distribución de fase ϵ se obtienen cuando una muestra plana se analiza en el SEM con electrones retrodispersados. La fase ϵ , suele aparecer en un contraste más claro que la fase γ .



1.2.3.5. Fase R

La fase R suele precipitar en el rango de temperaturas 550-700°C. Es un compuesto intermetálico rico en Molibdeno con una estructura de cristal trigonal. En una reciente investigación de un metal soldado 33Cr-8Ni-3Mo, la fase R tenía una composición aproximada de 30% Fe, 25% Cr, 6% Ni, 35% Mo, y 4% Si. Ha sido demostrado experimentalmente que la tenacidad a la fractura y la temperatura crítica de pitting son reducidas por la formación de fase R. También han sido observados ambos tipos de precipitados, intergranular e intragranular. Por sus altos contenidos en Mo, hasta 40 %, los precipitados intergranulares son los más importantes para la resistencia a la corrosión.

1.2.3.6. Fase p

Un descubrimiento interesante es el de la fase p en el dúplex soldado 22Cr-9Ni-3Mo. Esta fase ha sido descubierta dentro de los granos y, al igual que la fase R, contribuye a la fragilización y a la corrosión por picaduras en materiales con tratamiento de envejecimiento isotérmico a 600°C. La fase p suele contener 28% Fe, 35% Cr, 3% Ni, y 34% Mo, así pues mostrando que la fórmula química ideal dada: $\text{Fe}_7\text{Mo}_{13}\text{N}_4$, solo es una aproximación. La fase p tiene una estructura cristal cúbica y muestra un contraste claro en el TEM.

1.2.3.7. Carburos

En los AID con relativamente altos contenidos en carbono, carburos de tipo M_7C_3 precipitan en el rango 950°C-1050°C, mientras que carburos de tipo M_{23}C_6 precipitan por debajo de 950°C. Ambos precipitados se observan predominantemente en bordes de granos d/?, pero también se han visto en bordes de granos d/d y ?/?. El contenido en carbono, que está en el rango 0.010-0.020% para los súper AID hace que los carburos tienen menos efecto en ellos que en los AID convencionales que contienen más carbono para formar carburos. El AID SAF 2507, no muestra ningún tipo de carburos aunque ha sido ampliamente investigado. Esto implica que el fenómeno clásico de corrosión intergranular en los aceros austeníticos, debido a la precipitación de carburos y asociada reducción de cromo en bordes de grano, no suele ocurrir en AID modernos.



1.2.3.8. Precipitados de fases menos corrientes.

Partículas de cobre fueron observadas en AID con altos contenidos en cobre, lo que no puede ocurrir en nuestro acero porque tiene solo 0,23% Cu. Las partículas finas de cobre promueven la formación de núcleos de austenita con un concomitante afinamiento de la microestructura.

Otra fase poca común en los AID es la fase τ , que ha sido descubierta en una aleación de tipo 22Cr-5Ni-3Mo.

1.2.3.9. Fragilización a 475°C

Este tipo de fragilización suele ocurrir en aceros ferríticos y en AID a temperaturas por debajo de 500°C. Es una consecuencia de la cúpula de miscibilidad entre el sistema Fe-Cr. La reacción de fragilización puede ser de dos fundamentales tipos:

La fase α' formada da lugar a una fragilización de la ferrita y a un aumento de la dureza. Aunque la velocidad a la cual se fragiliza el material es superior a altas temperaturas, el fenómeno se puede observar a temperaturas tan bajas como 280°C en soldaduras de un acero 22Cr-5Ni mantenido durante más de 1000h.

El cromo, el Molibdeno y el cobre promueven la fragilización a 475°C. Durante la producción de aceros dúplex ricos en estos elementos eso se debe tener en cuenta. El Níquel también tiene un efecto en la descomposición espinodal pero este efecto es de naturaleza indirecta porque promueve la partición del cromo y del molibdeno en la ferrita.

La presencia de nitrógeno favorece la descomposición espinodal en aceros ferríticos, sin embargo, en los AID, la situación es más complicada porque el nitrógeno se encuentra en la austenita y por eso la cantidad de nitrógeno disuelta en la ferrita no es una simple función del contenido medio de nitrógeno.

La dureza y la tenacidad son los parámetros más sensibles para detectar la fragilización a 475°C.

El cobre y el tungsteno tienen por efecto, por debajo de aproximadamente 500°C, de aumentar la dureza y por eso fragilizar el material.

El mecanismo es diferente del clásico descrito arriba porque da lugar a precipitados ricos en cobre. Sin embargo este fenómeno se debe tener en cuenta en AID con cobre y



tungsteno lo que no se puede depreciar en nuestro acero que no contiene tungsteno de una parte y contiene poco cobre de la otra.

1.3. Acero estudiado

1.3.1. Definición

El acero que se estudia es un SAF 2507 (EN 1.4410, UNS S32750) de composición exacta dada en la tabla siguiente, los porcentajes son en peso.

Tabla 1-2:

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	N
0,015	0,24	0,83	0,23	0,001	24,8	6,89	3,83	0,23	0,27

Este acero ha sido el objeto de diferentes tratamientos térmicos de recocido entre 600 y 750°C seguidos de un enfriamiento al aire o al agua.

Los materiales estudiados son:

- El 750-A-1: mantenido una hora a 750°C y templado al aire.
- El 650-W-15: mantenido 15 minutos a 650°C y templado en agua.
- El 650-A-1: mantenido una hora a 650°C y templado al aire.
- El 600-A-3: mantenido 3 horas a 600°C y templado al aire.

1.3.2. Aspecto microestructural

Según el tratamiento térmico, la microestructura cambia. Así la estructura austenito-ferrítica aparece de manera clara con más o menos de precipitados según el enfriamiento y la temperatura alcanzada durante el calentamiento. Los gráficos obtenidos se muestran a continuación:



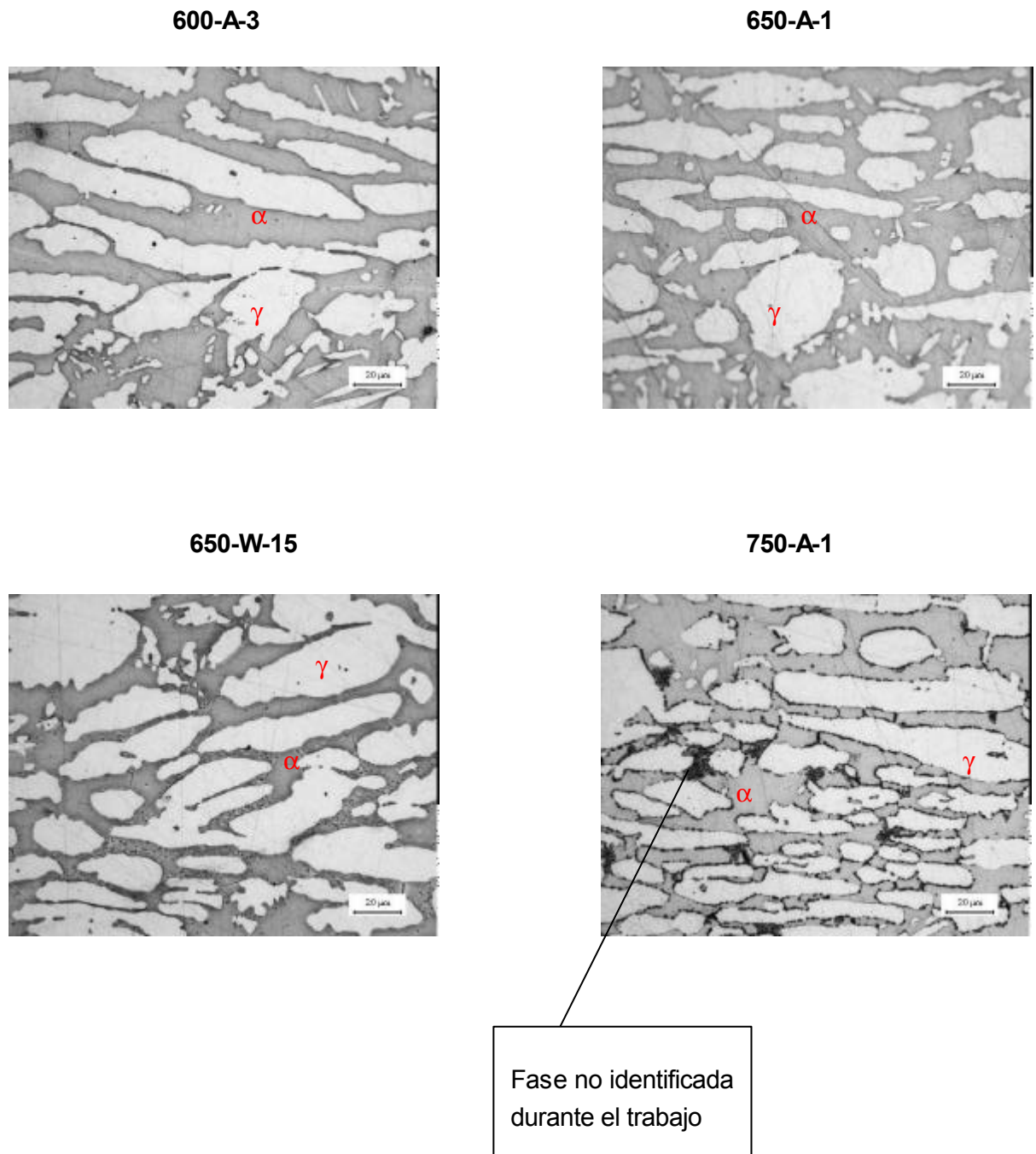


Figura1.9: imágenes de la ferrita y austenita del SAF 2507 con diferentes tratamientos térmicos

La fase que aparece en negro en la muestra de 750-A-1 necesita ser identificada con cierta certitud analizándola en el Microscopio Electrónico de Transmisión, se puede suponer con un mantenimiento a 750 durante una hora que es una fase σ que suele aparecer en los AID. Un análisis de difracción podría permitir una identificación de esta



fase. Ahora que las bases de los aceros dúplex han sido puestas y que el SAF esta bien definido, se puede continuar con la segunda parte de este informe, la parte experimental donde se hablará de los diferentes trabajos hechos: pulido, ataque químico, observaciones en el MEB, SPT (Small Punch Test).

En la figura 1.10 se puede ver el contenido de ferrita según el tratamiento térmico, estos datos provienen de Sandvik, el grafico obtenido muestra claramente que el contenido de ferrita baja cuando se aumenta la temperatura del tratamiento, la formación creciente de precipitados a estas altas temperaturas explica esta perdida de contenido de ferrita relativamente a las temperaturas mas bajas.

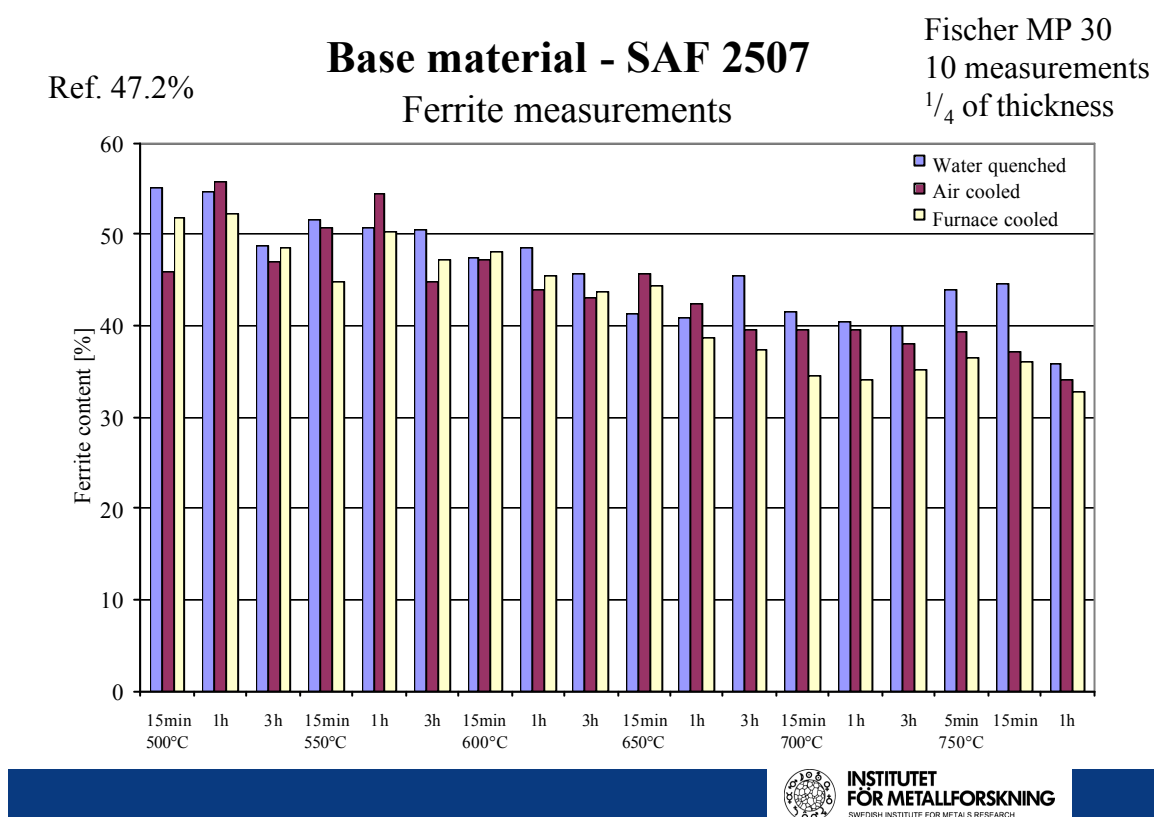


Figura 1.10: diagrama del contenido de ferrita según el tratamiento térmico

1.3.3. Propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas de un acero dúplex dependen fuertemente del tratamiento térmico, Sandvik ha proporcionado algunas propiedades mecánicas del material base, por ejemplo la evolución de la dureza según diferentes parámetros (cf. Fig. 11): la temperatura alcanzada durante el calentamiento y el tipo de enfriamiento. Se puede así ver que el



enfriamiento al horno da la dureza la más grande, lo que es lógico porque es el más lento de todos y por eso da el más tiempo a los precipitados para formarse.

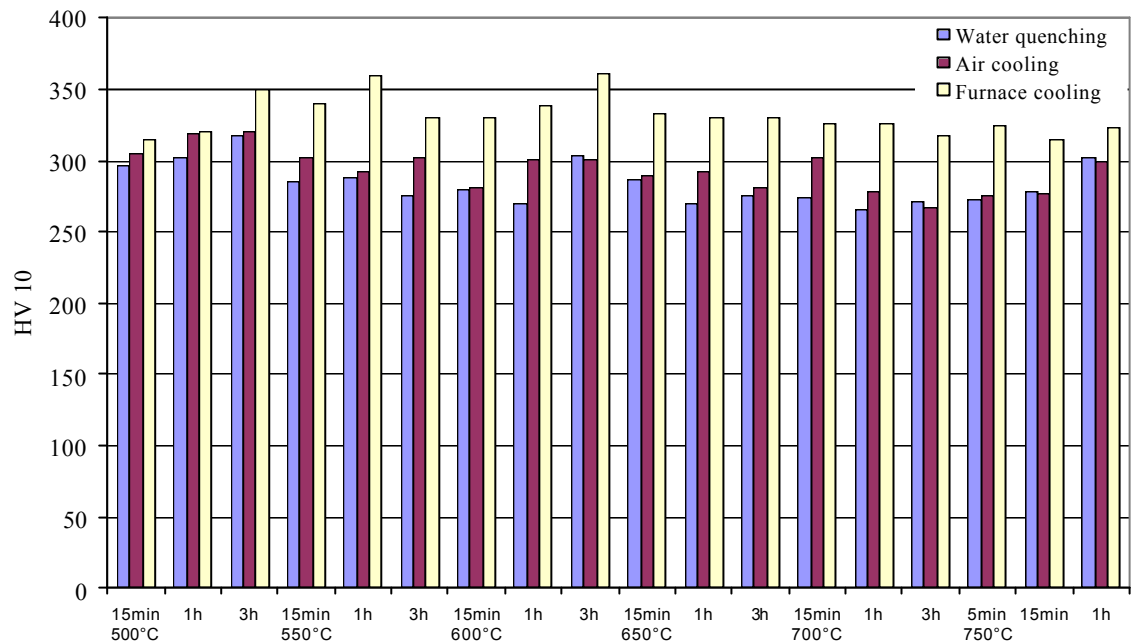


Figura 1.11: dureza del material según el tratamiento térmico

La formación de precipitados tiene también un efecto negativo en la tenacidad al impacto, en efecto la presencia de fase σ sobre todo fragiliza considerablemente el material dándole una tenacidad muy baja. El enfriamiento al horno da más precipitados por su lentitud, el efecto se ve en el figura 1.12:



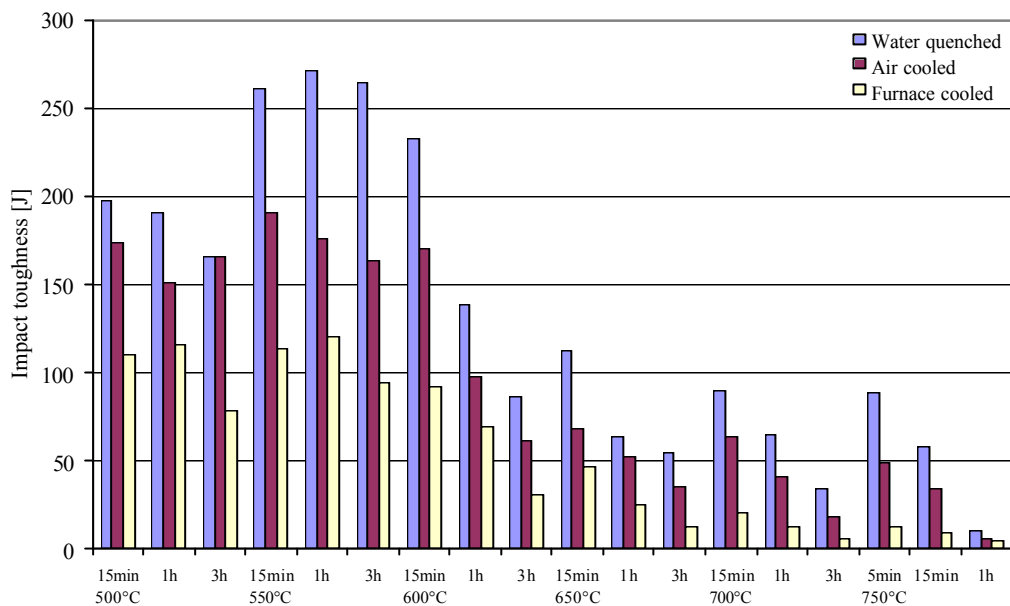


Figura 1.12: tenacidad de fractura según el tratamiento térmico

Que sea un enfriamiento al aire, al agua o en el horno, más tiempo dura mas duro vuelve el material, la tendencia es la misma.

1.4. Aplicaciones

Los aceros dúplex son utilizados en la industria química porque tienen muy buenas propiedades de resistencia a la corrosión junto con sus propiedades mecánicas. Problemas de procesos a temperaturas altas en medios con cloruros se pueden resolver usando aceros dúplex. En los últimos años, el uso de los aceros inoxidable dúplex ha crecido de manera significativa, unas aplicaciones en servicios bien conocidas siguen:

- Se usan en medios con cloruros y en soluciones alcalinas también con cloruros ya que son más resistentes que los aceros inoxidables austeníticos.
- Se usan en medio con ácidos a temperaturas altas (~ 200°C).
- Se usan para evitar lo más posible roturas por SCC (Stress Corrosion Cracking) .



Capítulo 2-TÉCNICA EXPERIMENTAL

2.1 Preparación de las muestras

2.1.1 Corte

Se corta el acero con un disco de carburo de silicio. La máquina utilizada es una Struers y se ve en la figura 2.1:



Figura 2.1

El material se fija y después solo hay que poner el disco. El corte se hace de manera totalmente automática, no se debe poner una velocidad demasiado elevada para no correr el riesgo de calentar el material y de esta manera cambiar la historia térmica del acero estudiado. El material a cortar y el disco se fijan y la cortadora con todos los parámetros definidos trabaja de manera automática. Las figuras siguientes muestran la cortadora con ángulos diferentes durante la operación.





Figura 2.2: cortadora

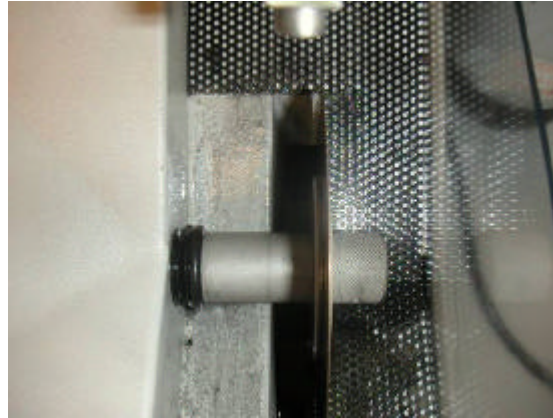


Figura 2.3: cortadora

Durante el proceso se utiliza aceite para lubricar el disco y enfriar el material. Una rejilla a bajo del material permite recuperar el trozo de material cortado una vez el proceso acabado. Se programa la máquina para hacer un primer corte para tener las caras paralelas, condición sine qua non para la nanoindentación y después se atacaba la parte pulida.

2.1.2 Pulido

Existen diferentes tipos de papeles abrasivos para pulir en función del material que queremos pulir y del espesor que queremos alcanzar. Hay papeles de diferentes tamaños de granos, mis muestras tenían que tener un pulido especular, es decir que una vez acabado el pulido, uno se debería ver reflejado en la cara pulida y esto con el mínimo de rayas posible.

El papel de desbaste y/o de pulido que utilizaba se enganchaba en un plato que se sujetaba a la pulidora, y la probeta se apoyaba por la cara que se desea preparar. De igual forma que en el apartado anterior, se utilizaba un agente dispersante, agua en este caso, que arrastraba las partículas de abrasivo y el material eliminado en el proceso.

Para tener la cara lo más perfecta posible y lo más rápidamente posible, utilizaba un papel de granulometría relativamente gruesa, un P400 para empezar, de esta manera se eliminan las rayas debidas al disco de corte, una vez desaparecen las rayas del disco de corte, pasé a un P1200, y al final desaparecen las rayas del disco antecedente, pasé a un disco muy suave con una suspensión de alúmina (siendo las partículas de $7,5\text{ }\mu\text{m}$) en agua mineral con el cual hacía el pulido final para eliminar todas las rayas.



Las muestras se pegan en un trozo mas grueso y para despegarlas y medir el espesor con el micrómetro se utiliza la maquina de ultra sonidos y una solución de acetona.

En la figuras 2.4 y 2.5, tenemos una imagen de una pulidora (en este caso es la del laboratorio de Terrassa):



Figura 2.4 : pulidora



figura 2.5 : pulidora

2.1.3 Ataque

La última etapa es de limpiar las muestras para hacer una nanoindentación. Para eso se hace un ataque electroquímico para revelar la microestructura. La muestra se pone en un vaso lleno de la solución elegida, estando por encima la cara que debe ser atacada. La maquina de ataque electroquímico se puede ver en la figura 2.7. Se compone de una placa y una punta del mismo material. La punta toca la cara que se debe ser atacada, y la placa esta simplemente en la solución. Una corriente eléctrica circula entre las dos partes metálicas a través de la solución. La cara de la muestra se comporta como un ánodo y sufre una oxidación, es decir una pérdida de electrones. El principio básico es el mismo que el de un ataque químico simple. Pero aquí el corriente hace el ataque más rápido y de manera más eficaz.

Se realiza dos tipos de ataques químicos, la primera vez se utilizaba una solución de ácidos nítricos químicamente puro (65%) con un voltaje de 1.2 V, pero no funcionaba bien, y el ataque era muy lento. Después se utilizaba otra solución de hidróxido de potasio con un voltaje de 4.2 V ($t=4\text{sec}$), y esta vez se pasó bien el ataque, lo que confirmaba el microscopio óptico, es decir que la estructura austeno-ferrítica se veía bien.

En la figura 2.6 se puede ver el ataque químico con la placa de cátodo siendo a la derecha y la muestra siendo atacada lo que provoca el desprendimiento de burbujas



graficado. La punta de la flecha esta exactamente en la muestra y la reacción de oxidación en la cara de la muestra es el ataque químico que revela la estructura. La muestra esta sobre un soporte para que toque la punta de la máquina. La figura 2.7 es una foto de la máquina del ataque químico, al lado se ve la máquina de los ultra sonidos para despegar las muestras antes de hacer el ataque químico.

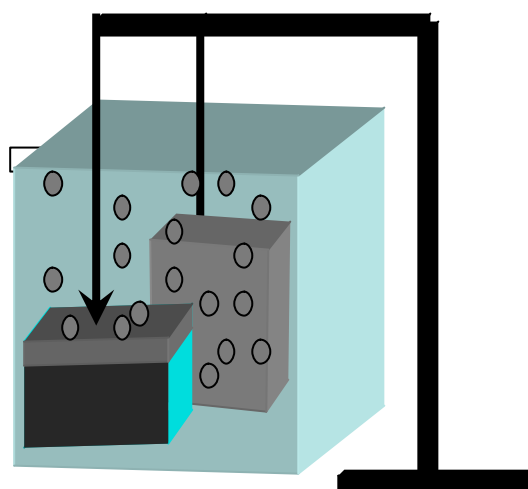


Figura 2.6 : esquema del ataque químico

La figura 2.7 muestra una foto de la máquina del ataque electroquímico. El nombre de la máquina es Buehler electromet 4. Al lado esta la máquina de ultrasonidos, un Elma Ultrasonic LC 60 H.





**Maquina de ataque electroquímico,
Buehler Electromet 4**



**Maquina de ultrasonidos,
Elma Ultrasonic LC 60 H**

Figura 2.7 : máquinas de ataque químico y de ultrasonidos

2.2 Ensayos mecánicos: Nanoindentación

2.2.1 Introducción

Una manera simple de medir las propiedades mecánicas de una muestra es deformarla a una escala muy pequeña, esto se puede lograr con un indentador agudo. Los ensayos de indentación, a una escala nanométrica, han sido una de las técnicas más usadas para medir estas propiedades. Dicha técnica tiene amplia aceptación ya que se puede medir una gran variedad de propiedades mecánicas realizando ensayos en diferentes puntos de su superficie.

El ensayo de indentación consiste inicialmente de tres ciclos de carga y descarga que sirven para examinar la reversibilidad de la deformación y estar seguros que los datos de descarga usados para el análisis son principalmente elásticos. A continuación una carga constante a 10% y 100% de la carga máxima por 100 s para monitorear la tasa de desplazamiento producido por expansión térmica y para disminuir efectos plásticos, dependientes del tiempo respectivamente; finalmente se descarga la superficie por completo. En este ensayo se registra la carga P y el desplazamiento h del indentador continuamente, una curva típica de carga-descarga en función del desplazamiento al final del proceso sirve también para definir las cantidades involucradas en el análisis, estas



son: carga máxima P_{max} , desplazamiento a carga máxima h_{max} , y la rigidez inicial en el proceso de descarga, $S_{max} = dP/dh$. Cuando el indentador penetra en la muestra, ocurre tanto una deformación elástica como plástica, produciéndose una huella en la muestra que esta relacionada con la forma del indentador y que sirve para calcular la dureza. En esta figura se define h_c como la profundidad de contacto del indentador en la muestra bajo carga y h_s es el desplazamiento elástico de la superficie en el perímetro de contacto, por lo tanto, la medida de la penetración durante la indentación h es $h = h_c + h_s$. La clave del análisis esta en que cuando el indentador es retirado y el desplazamiento elástico es recuperado completamente, los datos de descarga (cf. Figura 2.8) se pueden usar para obtener: el área de la huella, el módulo elástico efectivo y la dureza; dureza en nuestro caso de las fases de austenita y ferrita.

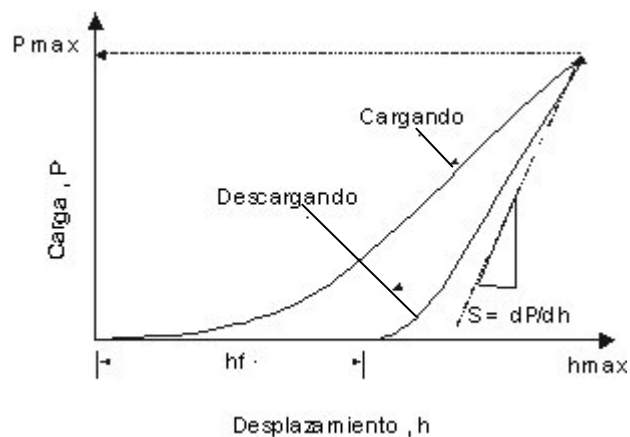


Figura 2.8: representación esquemática de una curva típica de carga-desplazamiento para un experimento de indentación

En el caso de este proyecto, la indentación se hacía mediante una programación para hacer las indentaciones la noche con el objetivo de minimizar el efecto de las vibraciones que pueden ser de distintos orígenes. Hemos elegido los puntos donde se deben hacer las dichas indentaciones. El posicionamiento del indentador se he hecho con la ayuda de la función de Microscopio óptico incorporado. Se han tomado aproximadamente unas 10 medidas en cada una de las principales fases de nuestro acero a saber austenita y ferrita. Una vez la indentación hecha, el grano indentado, la marca del indentador y la fase indentada se pueden ver con el microscopio óptico.



2.2.2 Modulo elástico

El módulo elástico es una propiedad mecánica intrínseca de un material dominado por la intensidad de los enlaces químicos entre sus átomos. Para materiales cristalinos el modulo elástico es anisotrópico. Los enlaces iónicos y covalentes deforman menos que los metálicos bajo fuerzas externas dadas y por esta razón dichos materiales tienen un alto modulo elástico. Los módulos elásticos altos de materiales duros refleja el fuerte enlace químico entre sus átomos.

2.2.3 Dureza

La dureza de un material puede definirse conceptualmente como la resistencia a una deformación plástica superficial local producida por otro material más duro (indentador). La dureza es una propiedad importante por cuanto condiciona el comportamiento frente al desgaste y a la fricción, esta determinada principalmente por la magnitud de las fuerzas de unión interatómicas del material y por su microestructura. Por otro lado la medida de la dureza de un material depende de parámetros asociados con el método de ensayo y con la geometría del indentador. (Brinell, Vickers, Knoop, etc.), así que la dureza no es una propiedad intrínseca del material en bloque como si lo es el módulo elástico, el límite de fluencia o la resistencia a la fractura. Desde el punto de vista de fuerzas interatómicas, una alta energía cohesiva, una longitud de enlace pequeño, y un alto grado de enlaces covalentes aumentan la dureza de un material. En cuanto a los efectos de la microestructura, los siguientes aspectos son dominantes: tamaño de grano y estructura de borde de grano, estructuras metaestables, impurezas.

2.3 Ensayos mecánicos: Small Punch Test

2.3.1 Introducción

Haremos una explicación bastante exhaustiva del “Small Punch Test” (SPT) que representa una parte importante de este proyecto porque nos ha dado diferentes informaciones interesantes. El SPT consiste en hacer una indentar probetas pequeñas, mediante un pistón de gran rigidez, y medir la deflexión de la probeta en función de la carga aplicada. Con un equipo de registros conectado a la máquina de ensayo (figura 2.9) se obtienen las gráficas de aspecto similar al de la curva de la figura 2.10.



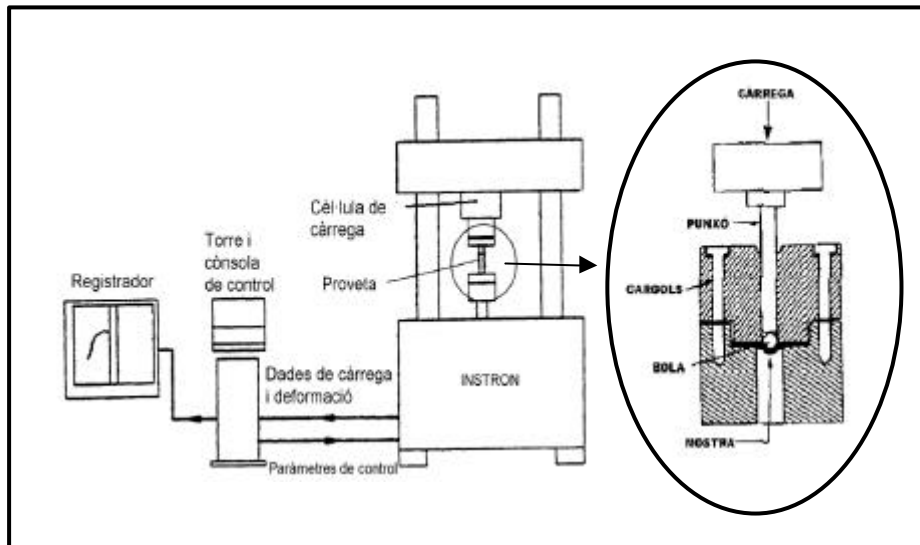


Figura 2.9: Dibujo esquemático del dispositivo utilizado en el ensayo SPT

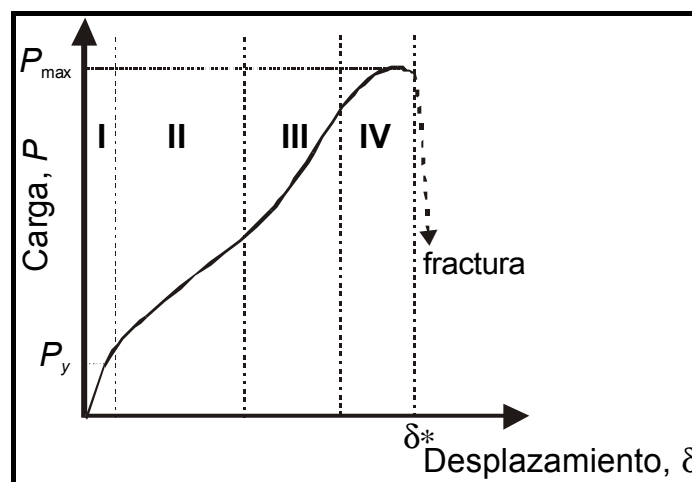


Figura 2.10: Curva típica de carga-desplazamiento obtenida en el ensayo miniaturizado de SPT

Se pueden utilizar diferentes tamaños y formas diversas de probetas para los ensayos de SPT. Las geometrías más comunes son las cuadradas o circulares.

Un tipo de probetas tienen dimensiones de 10×10 mm. de base por $500 \mu\text{m}$ ($0,5$ mm) de grosor, mientras que las otras, de sección circular, pueden llegar a ser tan pequeñas como discos de Microscopia Electrónica de Transmisión con diámetros de 3 mm y espesores inferiores a $250 \mu\text{m}$, pero los nostras tenían entre 550 y $650 \mu\text{m}$.



2.3.2 Análisis de datos

En la figura 2.10 están claramente definidas cuatro etapas.

- Etapa 1: Régimen completamente elástico, donde la carga se incrementa linealmente con la deflexión de la probeta.
- Etapa 2: Se inicia con un cambio de pendiente que indica el comienzo de la deformación plástica.
- Etapa 3: En esta etapa, hay una deformación plástica localizada en el proceso de estiramiento donde el espesor se reduce por debajo del punzón. Se denota también con un nuevo cambio de pendiente, aunque no tan pronunciado como el anterior.
- Etapa 4: La última etapa es identificada con un último cambio de pendiente que corresponde a una localización inestable de deformación plástica hasta la ruptura.

Los datos procedentes de las curvas obtenidas experimentalmente en los ensayos de SPT se pueden relacionar con parámetros intrínsecos del material. Así, el punto P1, de la figura 2.10, conocido con el nombre de carga de fluencia, es el parámetro intrínseco en esta técnica de ensayo miniaturizado que se relaciona con el límite elástico, (σ_y). La carga máxima, P2, se relaciona con la resistencia mecánica, (σ_m) y la deflexión máxima del ensayo (d^*) con la deformación a fractura, (ϵ_f).

Hay relaciones, tanto analíticas como empíricas, desarrolladas por diferentes autores. Algunas de éstas se comentan a continuación.

2.3.2.1 Límite elástico (s_y)

Kameda y Mao [1] han propuesto una aproximación empírica, basándose en una otra fórmula, que permite obtener el límite elástico a partir de datos de las curvas carga-desplazamiento del material

$$\sigma_y = \alpha \times (P_1 / t_0^2) \quad (\text{Eq. 2.1})$$

Con la que se han determinado valores de α próximos a 0,4 para los aceros ferríticos y próximos a 0,7 para los aceros inoxidables dúplex.



2.3.2.2 Resistencia máxima (σ_m)

En el caso de la resistencia máxima no se puede suponer que las tensiones son planas debido a que la mayor parte de la deformación es plástica. Por ello, se ha encontrado una aproximación analítica:

$$\sigma_m = [P_2 / (2 \times \pi \times r \times t_0)] \quad (\text{Eq. 2.2})$$

Siendo r el radio de la bola utilizada en el ensayo.

Mao y Takahashi [2] también muestran una relación empírica del tipo

$$\sigma_m = \beta \times (P_2 / t_0^2) - \eta \quad (\text{Eq. 2.3})$$

Con unos valores de β del orden de 0,13 para aceros inoxidables ferríticos y para dúplex. Esta expresión parece incongruente porque cuando no tenemos carga la resistencia máxima no se anula. Así, Kameda y Mao proponen la expresión que se considerará en este trabajo:

$$\sigma_m = \beta * (P_2 / t_0^2)$$

Con los valores de β indicados anteriormente para aceros inoxidables dúplex.

2.3.2.3 Deformación a fractura (ϵ_f)

La deformación a fractura se obtiene por la ecuación 2.5.

$$\epsilon_f = \gamma \times (\delta^* / t_0) \quad (\text{Eq. 2.4})$$

Donde δ^* es la deflexión por debajo de la probeta y t_0 es el espesor inicial.

Las ventajas asociadas a estos ensayos son las siguientes:

- Se necesita menos material para cada ensayo y la integridad de las estructuras de servicio no se ven afectadas por la extracción de probetas



- El coste del mecanizado de las probetas es muy reducido.
- El bajo precio del ensayo permite la inspección de un gran número de muestras.
- Se pueden evaluar variaciones de tenacidad localizadas a lo largo del espesor de componentes sometidos a presiones.

Como consecuencia de utilizar probetas pequeñas, la posibilidad de introducir errores aleatorios en los datos obtenidos es considerable. Estos errores pueden variar las medidas de los parámetros asociados a las propiedades mecánicas y principalmente vienen dados por los aspectos siguientes:

- Que la probeta no sea representativa de la composición y la microestructura de todo el componente. Por ejemplo, en el caso de los aceros que contienen grandes inclusiones, ellas mismas pueden penetrar una porción considerable del espesor de la probeta y de esta manera falsear los resultados obtenidos. Además, es importante que la geometría y el acabado superficial de las probetas sea reproducible.
- Errores del método de ensayo, alineaciones incorrectas en la colocación de las probetas o por excesivas tolerancias de mecanizado en las diferentes partes del soporte.
- La interpretación errónea de algunos datos obtenidos.





Capítulo 3-RESULTADOS Y DISCUSION

En esta parte se tiene un resumen general de todos los datos que fueron obtenidos y eso para cada tratamiento térmico. Se tiene básicamente cuatro tratamientos térmicos que serán estudiados caso por caso a continuación.

El cálculo de la deflexión máxima (cf. Eq. 2.4, p. 40) necesitaba conocer el valor de gamma que no fuera dada, El valor de gamma fue obtenido conociendo el valor de la deformación máxima del SAF 2507 en una base de datos científicos, conociendo todos los otros parámetros, un simple cálculo en Maple, nos ha dado el resultado final que se utilizaba después para los otros cálculos sabiendo que γ no depende del tratamiento térmico sino del material. Para el

600-A-3, se obtiene:

$$g = 0,0651760$$

Para cada material se han obtenidos datos mecánicos dados por el SPT y datos sobre las fases (austenita y ferrita) obtenidos por nanoindentación sobre las dichas fases. La figura siguiente representa en 3D la nanoindentación sobre la superficie del A34 por ejemplo.

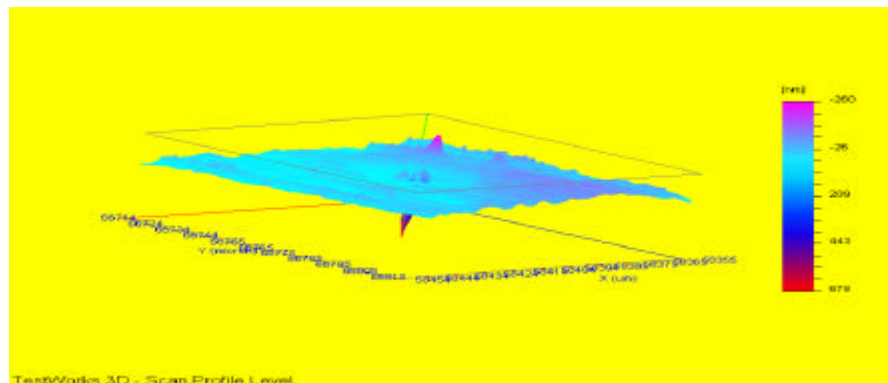


Figura 3.1

3.1 600-A-3

Este material ha sido tres horas a 600°C y luego fue templado al aire. Este tratamiento hace pensar que debería ser bastante dúctil como material si lo comparamos a los otros



materiales. De todos los cuatro materiales, éste, junto con el 650-W-15, debería ser el que presenta menos fases intermetálicas, los resultados siguen.

3.1.1 Datos mecánicos del SPT

Los diferentes ensayos de *Small Punch Test* han proporcionados informaciones sobre la resistencia máxima, la deflexión máxima y el límite elástico de la muestra 600-A-3, valores obtenidos por medio de fórmulas dadas en la segunda parte. La tabla 3.1 muestra todos los datos obtenidos con este ensayo de SPT:

Tabla 3.1: resumen de los datos de Small Punch Test.

	Límite elástico (Mpa)	Resistencia máxima σ_m (Mpa)	deflexión máxima (mm)
600-A-3	895	1213	0,268
	957	1160	0,245
	806	1092	0,237
Media	886	1155	0,25
Std. Desv	75,8	60,3	0,01

Como se puede ver, hay tres muestras de 600-A-3 para analizar, se sacan los valores de las curvas fuerza-desplazamiento de las muestras. Hay que saber que el ensayo de SPT cuyo principio ha sido explicado en la segunda parte depende de la ductilidad del material punzado. Eso se entiende fácilmente cuando se sabe que es una bolita muy dura que sirve para hacer el ensayo y que entonces la dureza del material influye en los datos. Todo eso para decir que este ensayo y las fórmulas proporcionan datos que se acercan más de la realidad cuanto más dúctil el material punzado es. La forma de las curvas para el material más duro de los que se estudian corrobora esta afirmación (cf. 750-A-1). Las tres curvas de fuerza-desplazamiento para el 600-A-3 siguen

La primera es la del 600-A-3_2, la hemos llamado 2 porque el primer ensayo no ha resultado productivo.



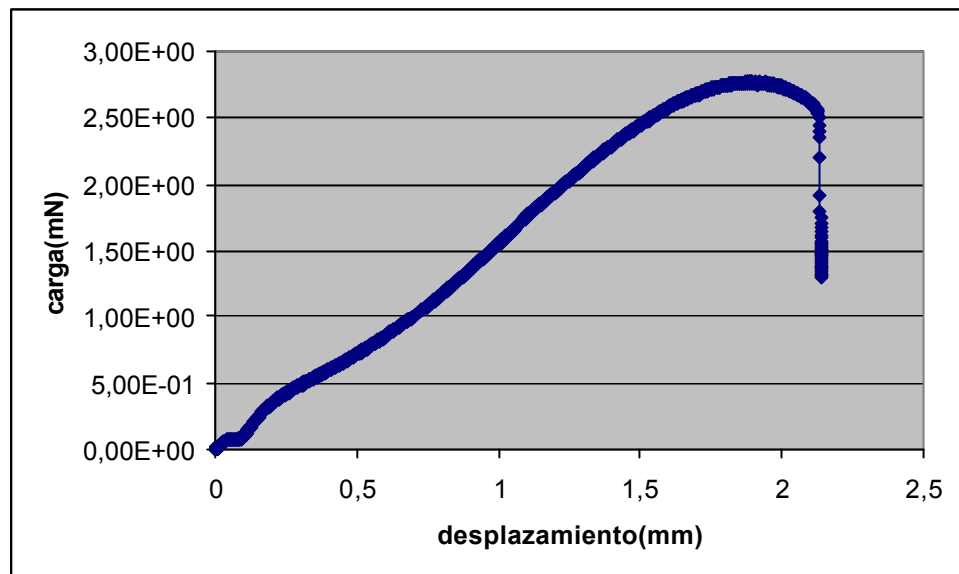


Figura 3.2: curva carga-desplazamiento del 600-A-3 ensayo 2

La primera parte elástica se ve bien, luego empieza la zona plástica. Las dos otras curvas tienen casi exactamente la misma forma y aseguran así de la fiabilidad de los datos del primer ensayo. Las curvas 600-A-3-C y 600-A-3 B siguen respectivamente:

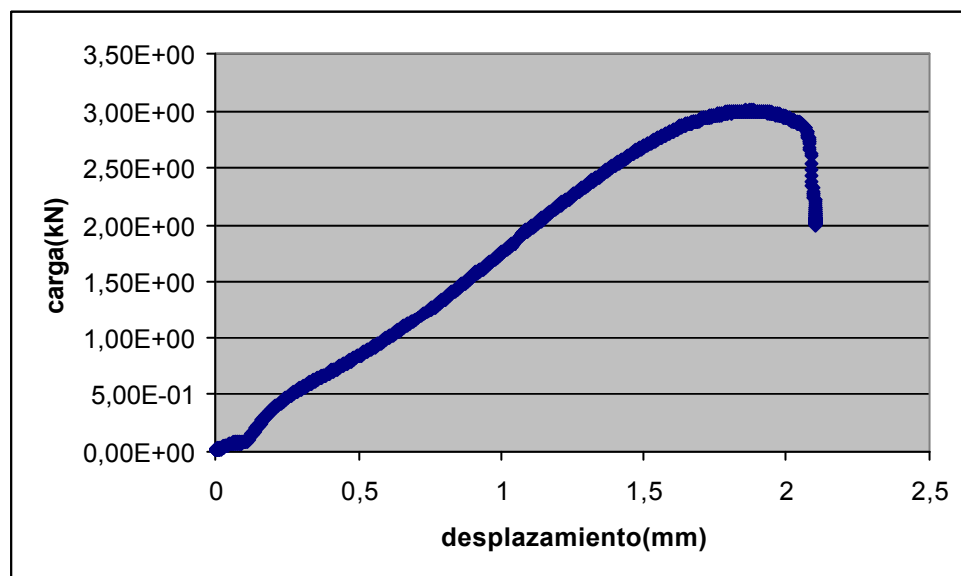


Figura 3.3: curva carga-desplazamiento del 600-A-3 ensayo 3



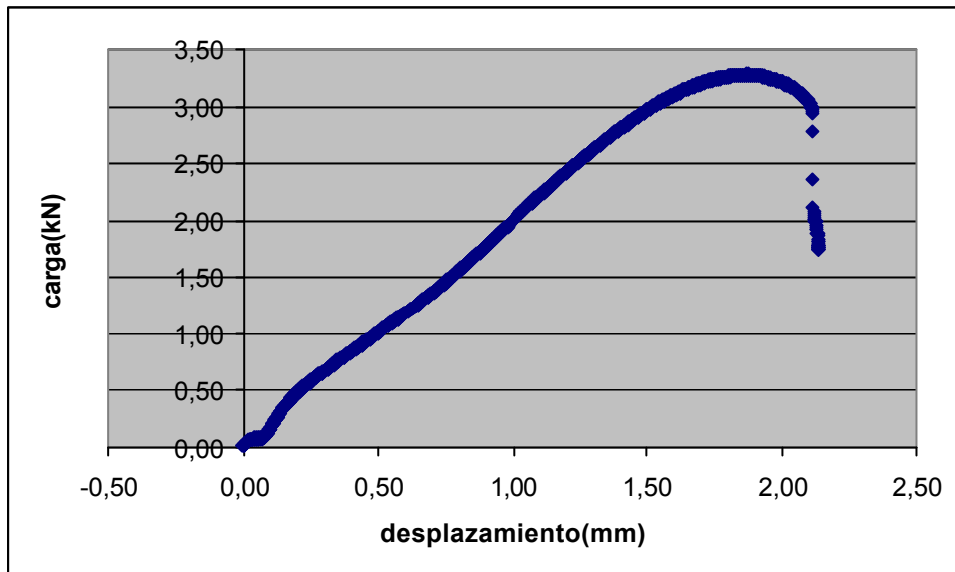


Figura 3.4: curva carga-desplazamiento del 600-A-3 ensayo 4

A continuación, se hacía unos ensayos de nanoindentación en la superficie del material, el posicionamiento del indentador se hizo con ayuda de una función del microscopio óptico de la máquina. Se hacían aproximadamente unas 10 indentaciones en cada una de las principales fases del acero a saber austenita y ferrita. En la tabla 3.3 se ven los parámetros más relevantes de los ensayos hechos en control de desplazamiento hasta una micra. Una vez la indentación hecha, el grano indentado, la marca del indentador y la fase indentada se ven con el microscopio óptico. La tabla 3.2 muestra los parámetros del ensayo.

Tabla 3.2: datos de las nanoindentaciones.

Poisson's Ratio	Surface Approach Velocity	Depth Limit	Strain Rate Target
	nm/s	Nm	1/s
0,33	10	1000	0,05



3.1.2 Caracterización de la fase austenítica

Se puede ver en la figura 3.5 la fase austenítica que se diferencia de la fase matriz ferrítica.

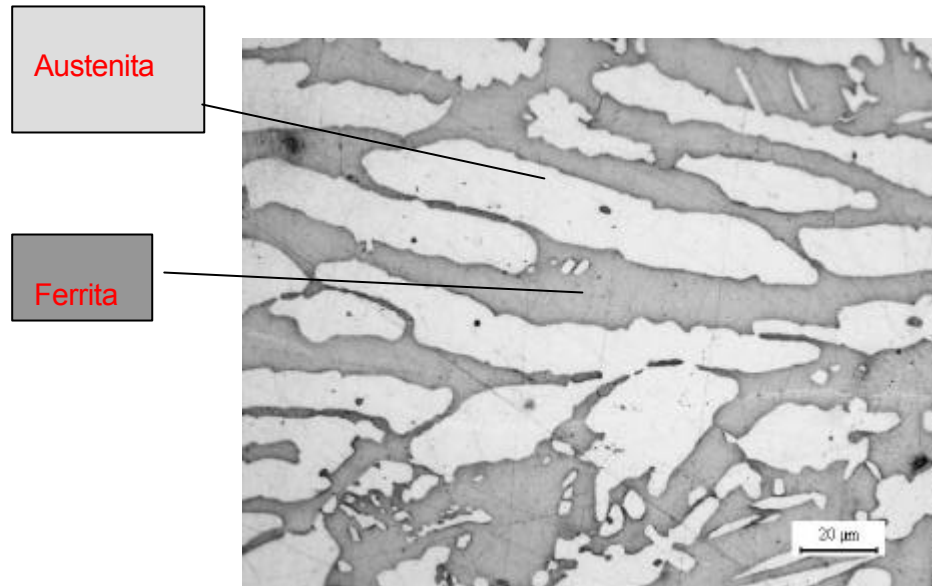


Figura 3.5: micrografía de una estructura austeno-ferrítica



Figura 3.6: micrografía de una nanoindentación en la austenita del 600-A-3 (X240)

El círculo en rojo indica el punto donde se hizo la indentación en este grano de austenita. El material ha sido sobre atacado, lo que explica este color verdoso en algunas partes de la ferrita principalmente. La curva siguiente (figura 3.7) es típica de las de carga desplazamiento para una indentación, es la del ensayo 10 del 600-A-3, se ven distintamente la carga, la descarga y los puntos de carga y desplazamientos máximos.



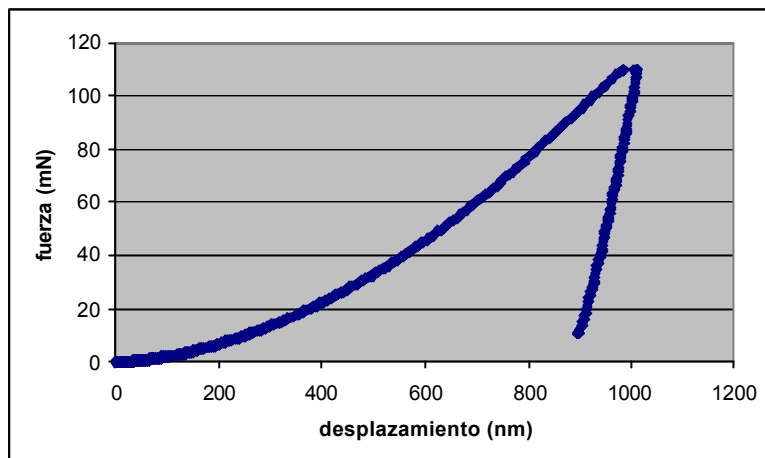


Figura 3.7: curva fuerza-desplazamiento del 600-A-3 ensayo 10

Los datos proporcionados por la maquina son resumidos en la tabla 3.3:

Tabla 3.3: datos de nanoindentación (dureza y módulo elástico)

Ensayo	E medio	dureza
	GPa	Vickers
1	216,66	668,83
2	218,89	634,71
3	198,12	548,04
4	191,90	549,34
5	216,78	647,60
6	209,67	604,85
7	206,60	709,52
8	220,47	694,04
9	202,09	595,22
10	205,30	599,86
Mean	208,65	625,16
Std. Desv.	9,57	55,80



Los valores de durezas han sido calculadas por la formula siguiente que nos ha permitido pasar de los valores de dureza de la máquina de Gpa a Vickers:

$$\text{dureza(HV)} = \frac{H(\text{maquina}) * 185,4}{2} \quad (\text{Eq. 3.1})$$

Los valores del módulo elástico son coherentes, pero las de durezas no lo son. El valor 625 HV parece demasiado alto. Para intentar entender lo que puede explicar este valor, graficó la dureza en función de la profundidad de la penetración en la muestra. El gráfico de la figura 3.8 da los resultados de esta investigación:

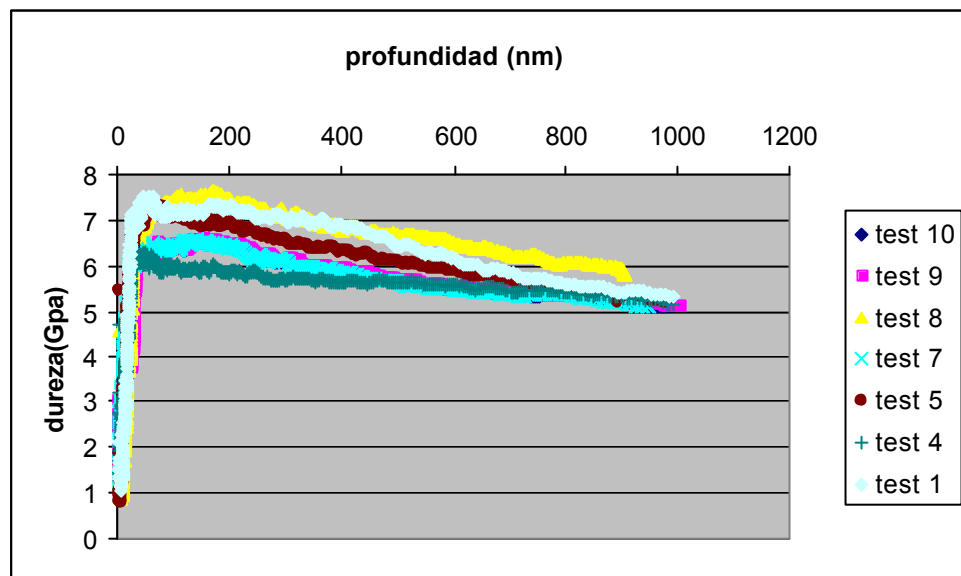


Figura 3.8: estabilidad de datos de durezas 600-A-3 austenita

Los ensayos 6,3 y 2 no han resultado productivos porque la máquina se paró durante el ensayo y pasando al punto siguiente de indentación. Se ve claramente que la dureza pasa por un máximo antes de converger a un valor más bajo de aproximadamente 5 Gpa lo que daría una dureza en Vickers de algunos 460 HV. Este valor es mas aceptable pero también es alto.

La dureza más alta en los primeros nanómetros se explica por la etapa del pulido; en efecto, puliendo el material lo endurecemos en la superficie. La austenita se endurece más que la ferrita cuya curva es diferente. La estructura cúbica centrada en la cara de la austenita más compacta que cúbica centrada en el cuerpo de la ferrita corrobora esta explicación.

Entonces aquí vemos porque tenemos valores del orden de 600 HV para el 600-A-3, el valor a retener el valor en el que convergen las curvas, es decir 5 Gpa o 460 Vickers.



3.1.3 Caracterización de la fase ferrítica

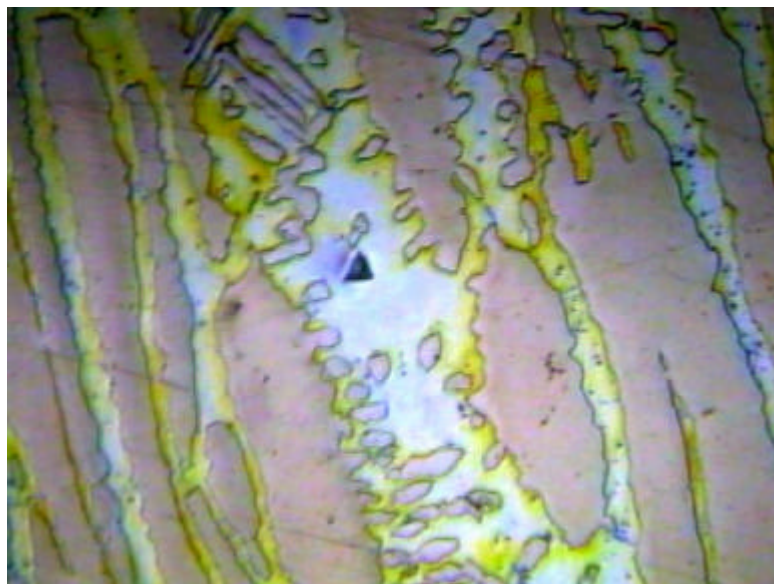


Figura 3.9: micrografía de una nanoindentación en la ferrita del 600-A-3 (X240)

La fase ferrítica ha sido también indentada. Con el microscopio óptico conseguimos ver las zonas que indentadas. Una de estas curvas se ve en la figura 3.10. Las curvas de carga-desplazamiento de la ferrita tienen una forma convencional y proporcionan los datos necesarios para comparar con la austenita. La siguiente es la del ensayo 10.

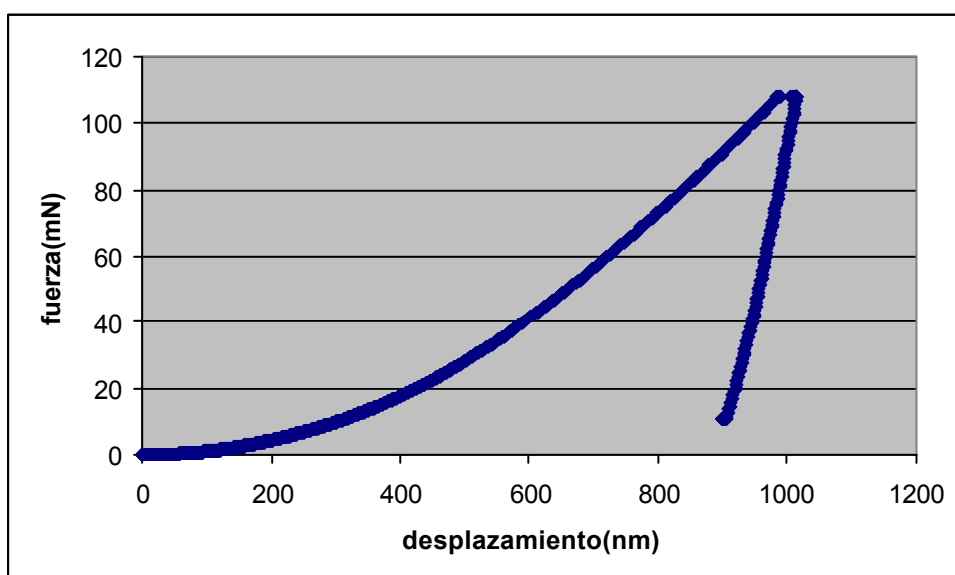


Figura 3.10: curva fuerza-desplazamiento de ferrita del 600-A-3 ensayo 10



Tenemos los datos siguientes sobre la ferrita:

Tabla 3.4

Test	E medio	dureza
	GPa	Vickers
1	217,18	479,81
2	205,65	445,79
3	202,71	464,14
4	216,22	478,33
5	218,27	460,90
6	213,57	464,79
7	213,16	473,14
8	203,04	463,68
9	209,37	471,28
10	204,05	446,44
Mean	211,81	471,65
Std. Dev.	5,91	7,32

Los valores del modulo elástico de la ferrita del 600-A-3 son casi los mismos que los de la austenita lo que es lógico. Para la dureza, se ve claramente que la dureza de la ferrita es inferior a la de la austenita El facto que la austenita sea más dura que la ferrita se entiende fácilmente cuando se toma en consideración el efecto del nitrógeno, este elemento intersticial endurece la austenita.

Se tiene en la figura 3.11, para la austenita, la dureza en función de la profundidad para ver la tendencia general.



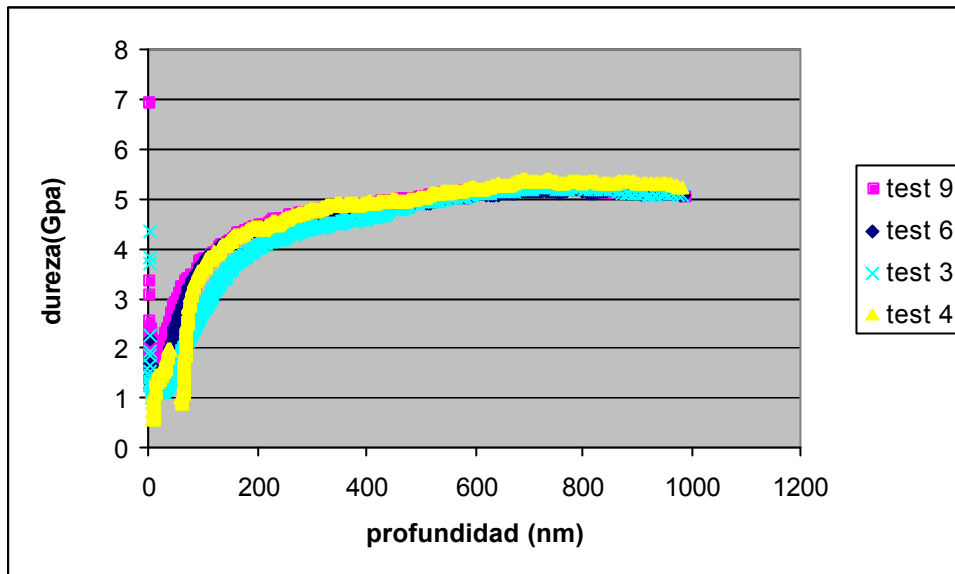


Figura 3.11: estabilidad de la dureza de la ferrita del 600-A-3

La forma es distinta pero convergen de manera clara al mismo valor. La dureza aumenta con la profundidad y las curvas tienden a estabilizarse. El aumento de la dureza en la estructura se explica por factores superficiales. Los valores antes de 250 nm de profundidad se ven muy afectados por factores como concentraciones de tensiones, lo que podría explicar los valores bajos de dureza de la ferrita (en tracción) y altos de la austenita (en compresión). Se puede anotar que convergen al mismo valor que en la curva de la austenita, 5 Gpa (~460 HV).

3.2 650-A-1

Este material ha sido tratado durante una hora a 650°C y luego enfriado rápidamente al aire. Si lo comparamos con el 600-A-3 estudiado en la parte 1 y que tiene un tratamiento térmico ligeramente menos severo, se puede prever que el 650-A-1 debería presentar propiedades mecánicas notablemente distintas.

3.2.1 Datos mecánicos del SPT

Los datos proporcionados por el análisis de las curvas de SPT se pueden resumir en la siguiente tabla, las curvas que siguen la tabla son las de los ensayos. La curva 650-A-1 C



muestra un caso en el cual se producía una rotura prematura de la muestra, probablemente por presencia de un defecto.

Tabla 3.5: datos del ensayo de Small Punch Test

	Límite elástico (Mpa)	Resistencia máxima sm	deflexión máxima (mm)
650-A-1	811	1156	0,297
	851	1132	0,305
	682	984	0,292
Media	781	1091	0,298
Std. Desv	88,03	93,05	0,006

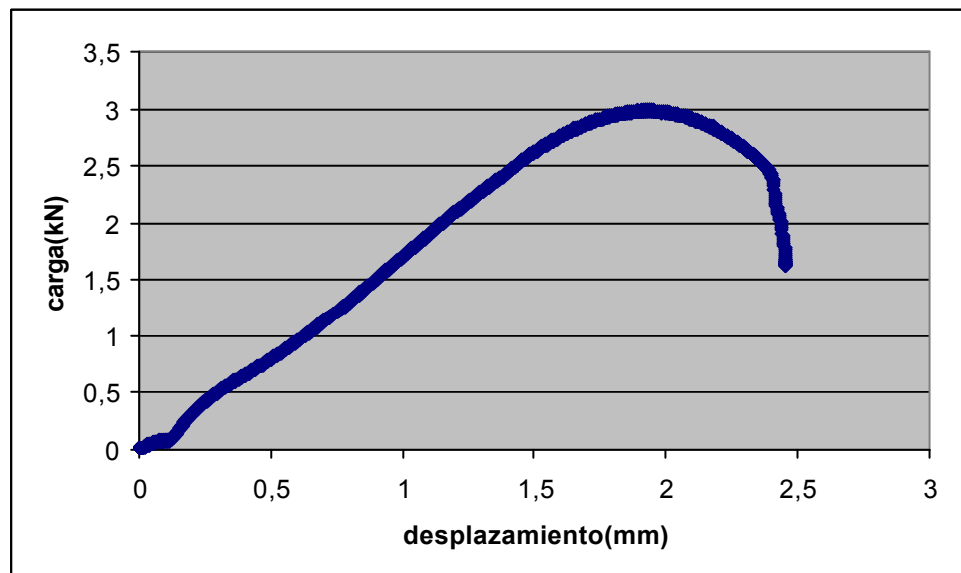


Figura 3.12: curva carga desplazamiento del 650-A-1 A



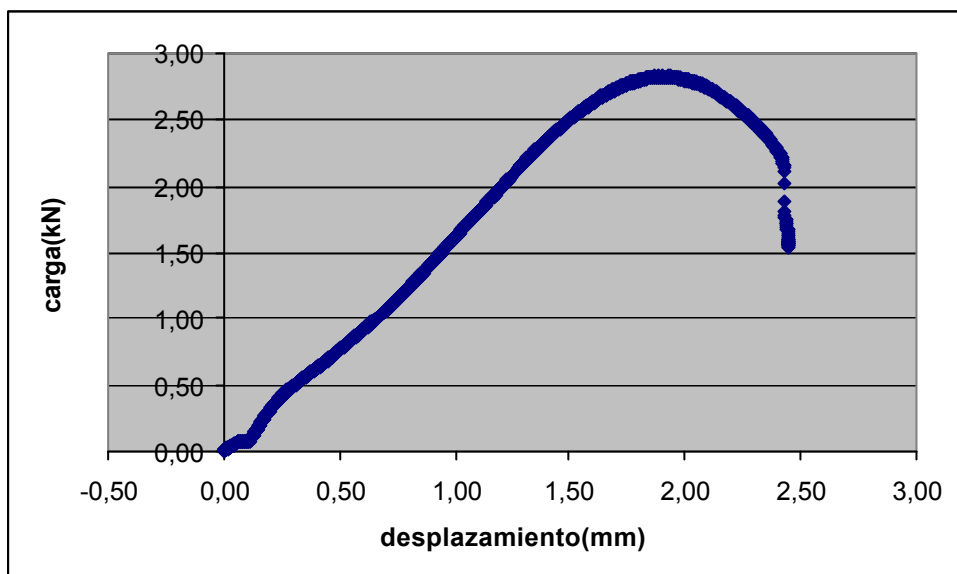


Figura 3.13: curva carga desplazamiento del 650-A-1 B

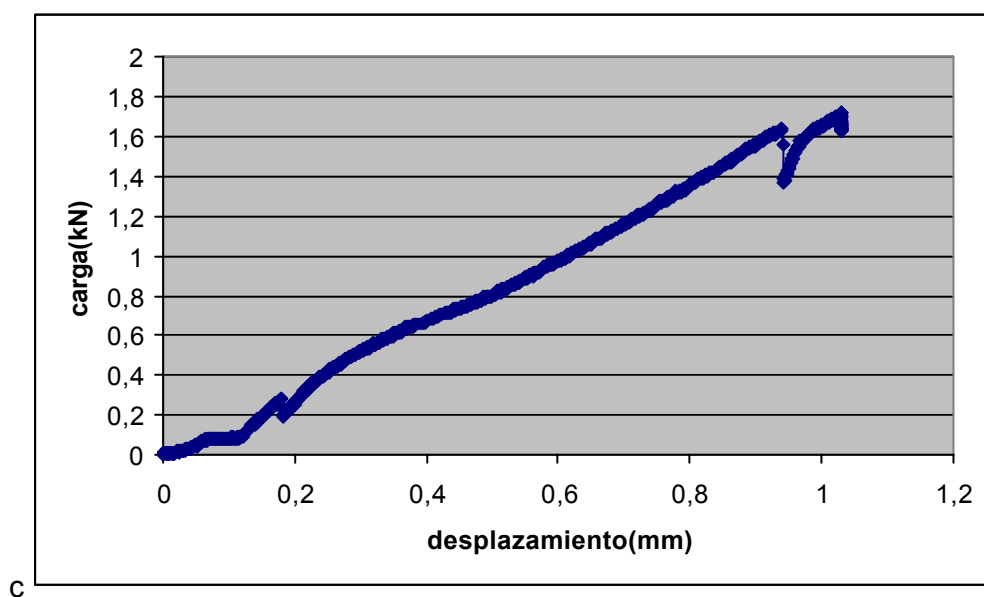


Figura 3.14: curva carga desplazamiento de la muestra 650-A-1 C

En este caso, una rotura prematura acompañado de un ruido se producía. Al ver la forma de la curva que se hacía en tiempo real, hemos parado el ensayo para ver lo que pasó, y hemos confirmado la rotura.



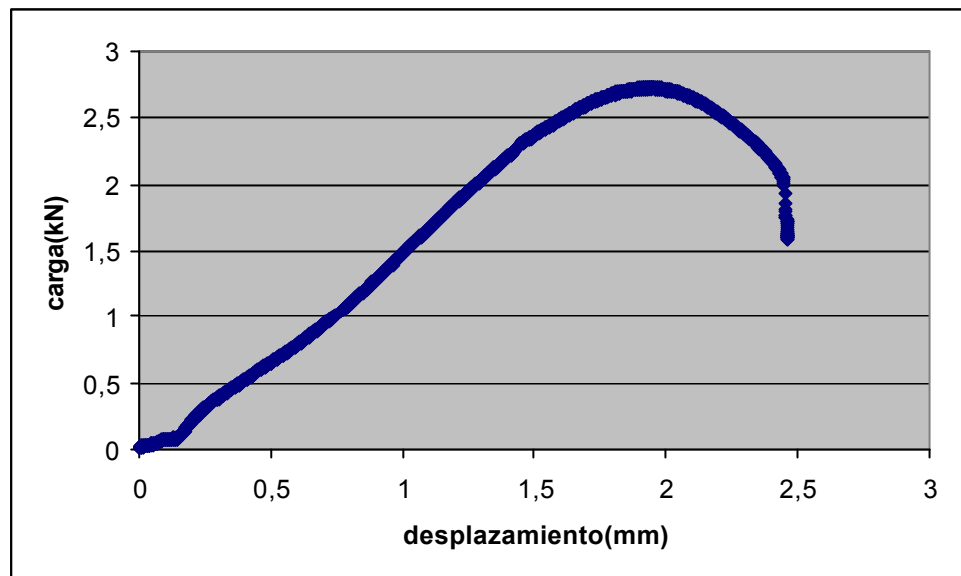


Figura 3.15: curva carga desplazamiento de la muestra 650-A-1 D

A continuación, se hacía como con en la muestra 600-A-3 unos ensayos de nanoindentación.. Los parámetros de la máquina son los mismos que para los ensayos de la serie 600-A-3, para asegurar que los ensayos sean comparables.

3.2.2 Caracterización de la fase austenítica

La fase austenítica se ve en marrón en la siguiente figura que indica también el punto exacto donde se hacía la primera indentación. El grano de austenita se ve distintamente así como la marca del indentador.



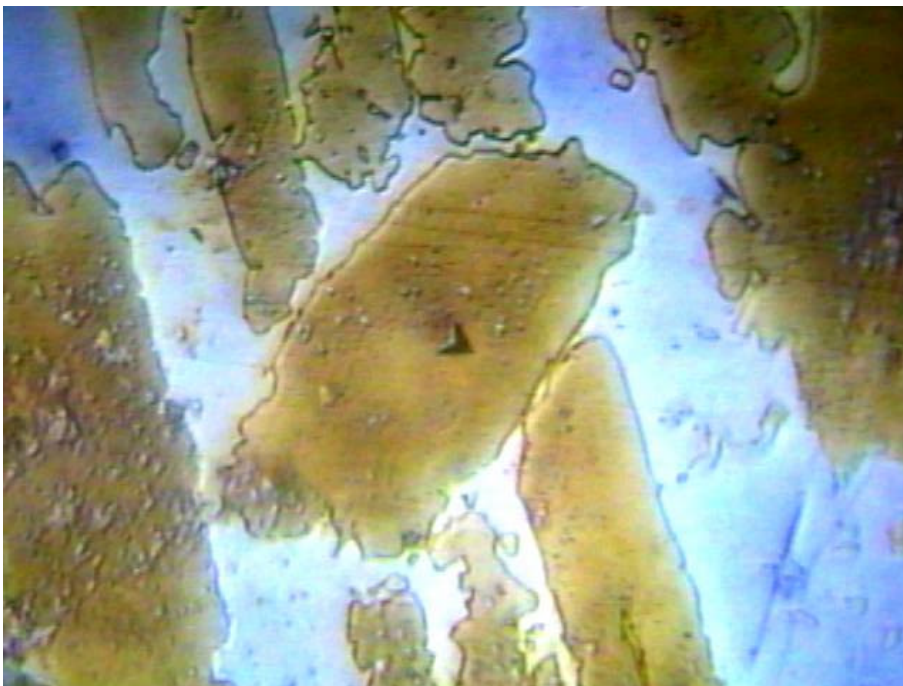


Figura 3.16: huella de indentación en la austenita de una muestra de 650-A-1 (X240)

La ferrita rodeando los granos de austenita aquí se ve en azul. La curva siguiente es la de fuerza-desplazamiento para esta indentación, se ven distintamente la carga, la descarga y los puntos de fuerza máxima (ordenada) y desplazamiento máximo.

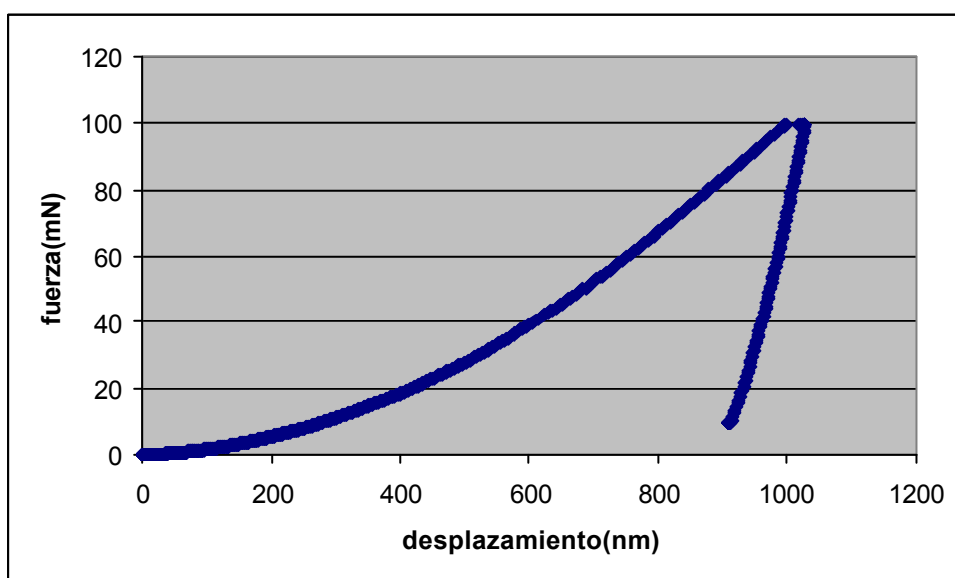


Figura 3.17: curva fuerza-desplazamiento del ensayo 10 de la muestra 650-A-1

Los datos proporcionados por la máquina se resumen en la tabla 3.7:



Tabla 3.6: datos proporcionados por la máquina de nanoindentación.

Ensayo	E medio	Dureza
	GPa	Vickers
1	206,25	441,15
2	203,61	429,20
3	207,58	442,36
5	202,81	444,31
6	202,91	450,98
7	195,02	410,66
8	183,06	408,99
9	198,29	450,80
10	183,30	436,15
Mean	202,35	438,47
Std. Dev.	4,37	14,27

El ensayo cuatro fue fallido y no se consideran los datos correspondientes. Grafico la dureza en función de la profundidad para ver si la tendencia era la misma que con el 600-A-3, la figura 3.18 muestra bien que si, esta tendencia a crecer hasta un valor umbral y después bajar convergiendo a un valor límite es bien una propiedad característica de la austenita de nuestra material. La tendencia es menos marcada en el 650-A-1 pero la forma general es la misma. Algunos ensayos no parecen en la curva, es porque la máquina se paraba durante estos ensayos.



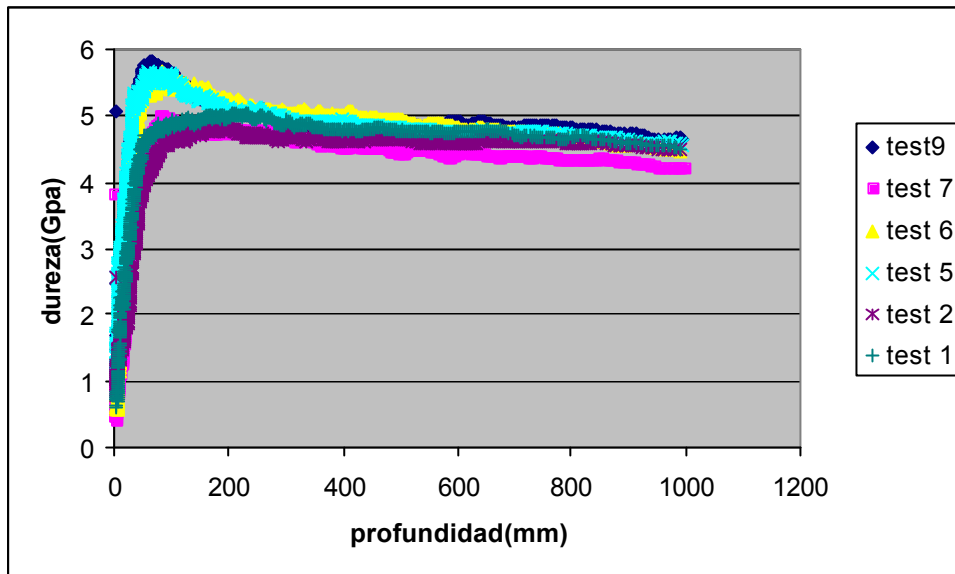


Figura 3.18: estabilidad de las durezas de la muestra 650-A-1

Las curvas convergen a valores entre 4,2 Gpa y 4,8 Gpa, lo que se puede pasar en Vickers dando: 389 HV y 445 HV respectivamente.

3.2.3 Caracterización de la fase ferrítica

Se indentaba también la fase ferrítica. Con el microscopio óptico se ve las zonas a indentar. En la figura 3.19 se puede ver dos marcas de indentaciones. Los datos obtenidos se resumen en la tabla 3.7:

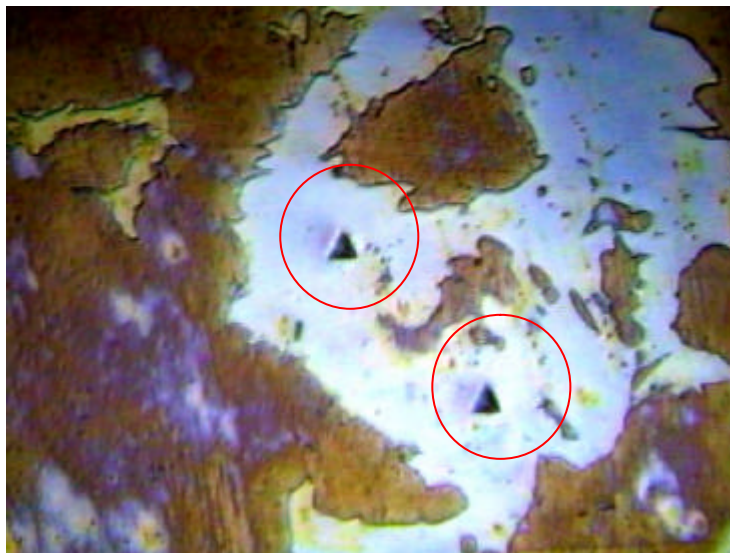


Figura 3.19: dos huellas de nanoindentaciones en la ferrita de la muestra 650-A-1 (X240).



Tabla 3.7: datos proporcionados por los ensayos de Small Punch test del 650-A-1

Ensayos	E medio	Dureza
1	212,27	443,19
2	201,42	417,79
3	200,22	406,48
4	193,77	425,12
5	195,63	391,19
6	188,36	384,24
7	205,79	426,88
8	195,07	399,25
9	186,05	407,13
10	200,87	397,03
Mean	197,94	409,82
Std. Desv.	7,86	18,25

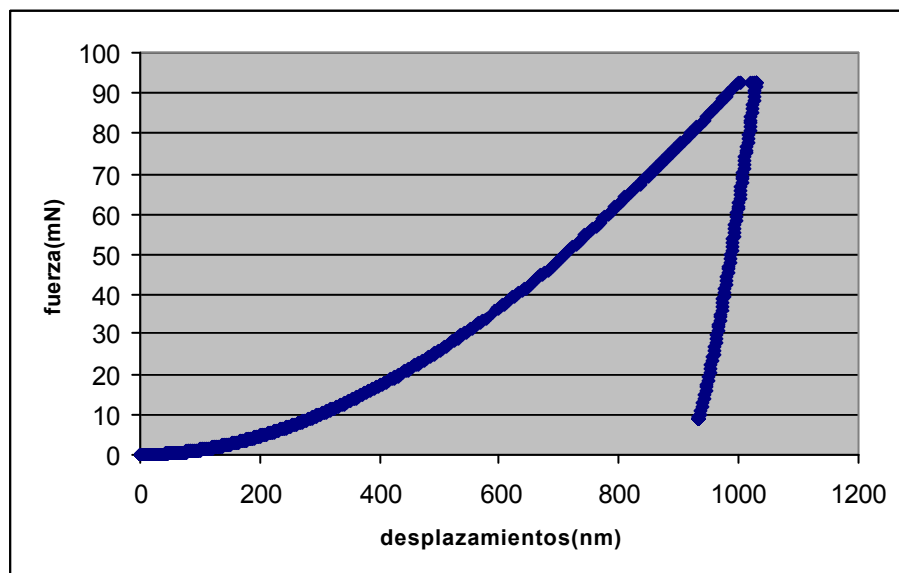


Figura 3.20: curva fuerza-desplazamiento de la ferrita de la muestra 650-A-1



Los módulos elásticos son casi los mismos que los de la austenita lo que es lógico. Para la dureza, se ve claramente que la dureza de la ferrita es inferior a la de la austenita. En la última parte de este reporte, la de la discusión, compararemos todos los datos juntos, por el momento estamos haciendo un estudio caso por caso. Grafico como para la austenita, la dureza en función de la profundidad para ver la tendencia general, ver la figura 3.21:

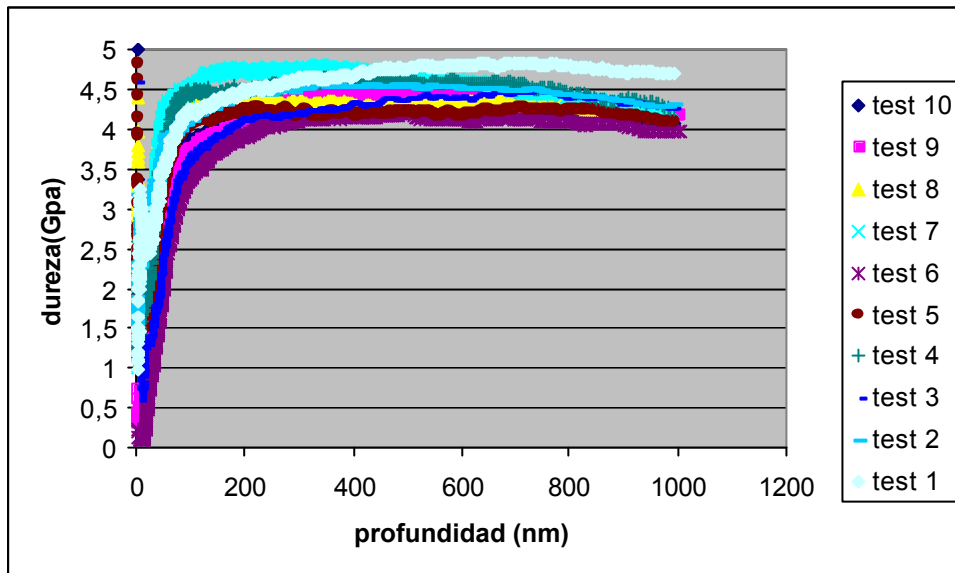


Figura 3.21: estabilidad de la dureza de la austenita de la muestra 650-A-1

La tendencia es la misma que con la ferrita del 600-A-3, y se observa que la curva tiene la misma forma. Las curvas tienden a valores entre comprendidos entre 4 y 4,8 Gpa, lo que representa 370 y 445 HV respectivamente.

3.3 750-A-1

El 750-A-1 ha sido una hora a 750°C, y luego templado al aire. Dentro los cuatro materiales, es el que debería tener mayor cantidad de fases intermetálicas en general y de fase σ en particular. Una hora a 750 podría también puede dar lugar a carburos pero como el contenido de carbono del SAF 2507 es muy bajo, no suelen aparecer. Los resultados de esta parte van a dar más información sobre el 750-A-1.



3.3.1 Datos mecánicos del SPT

Los diferentes ensayos de *Small Punch Test* han dado informaciones sobre el límite elástico de la muestra de 600-A-3, valores obtenidos por medio de la fórmulas dada en la segunda parte. Las curvas obtenidas para el 750-A-1 no permiten ningún explotación que no sea falsa excepto para el límite elástico. Las curvas deben ser continuas, es porque se puede decir que el ensayo SPT se aplica mejor con los materiales dúctiles. El 750-A-1, que sabíamos que era el más duro de todos los materiales estudiados, da una curva discontinua y que no permite realmente decir nada sin hacer un error considerable, en la resistencia máxima y en la deflexión máxima. Las únicas informaciones que se obtienen son sobre el límite elástico:

Tabla 3.8: datos de Small Punch test de la muestra 750-A-1

	Límite elástico (Mpa)
750-A-1	785
	646
	734
	833
Media	749
Std. dev	79,96

El límite elástico es bastante bajo comparándola a las de las otras muestras.



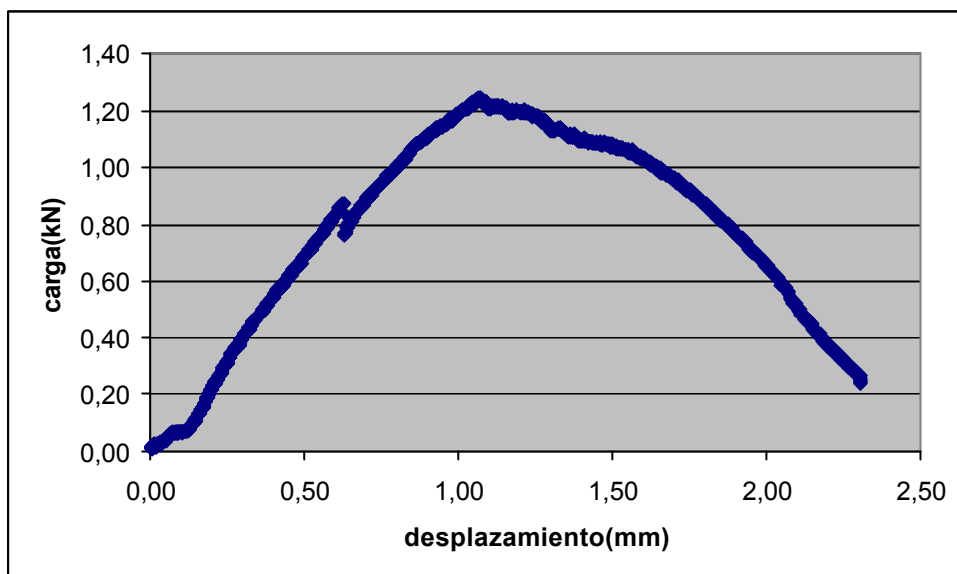


Figura 3.22: curva carga desplazamiento de la muestra 750-A-1 A

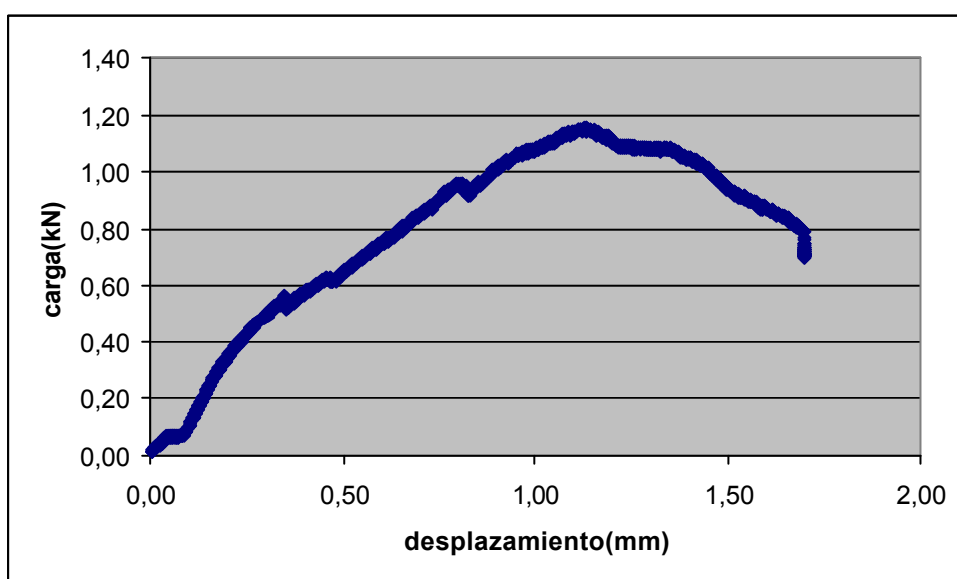


Figura 3.23 curva carga desplazamiento de la muestra 750-A-1 B

Se ve claramente que antes de la rotura final se han producido muchas pequeñas roturas, lo que explica esa forma de la curva como con escaleras.



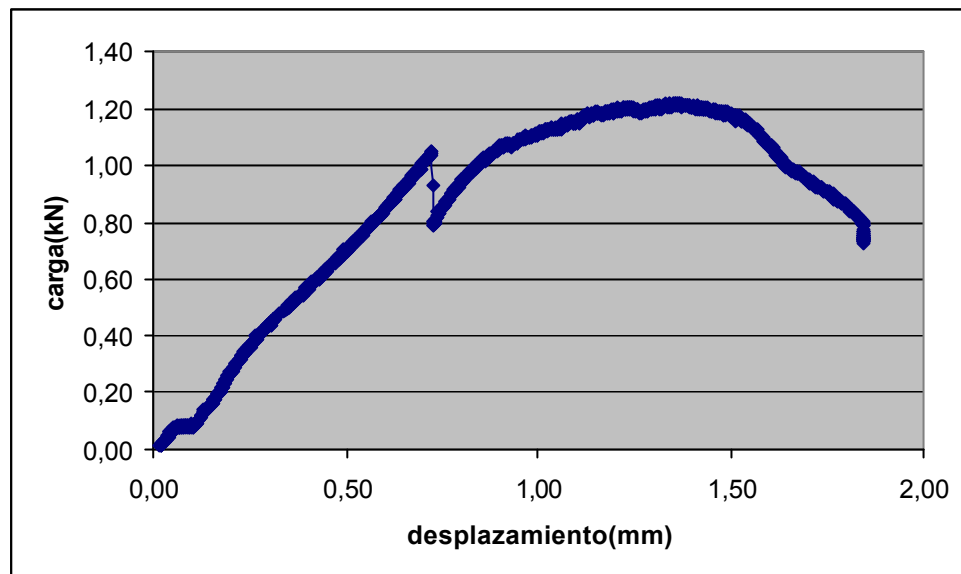


Figura 3.24 curva carga-desplazamiento de la muestra 750-A-1 C

Aquí cuando la fuerza es de aproximadamente 1 kN, una rotura prematura se producía en el material. Una observación al MEB debería corroborar la fragilidad de esta muestra mostrando una estructura muy plana característica de una rotura frágil.

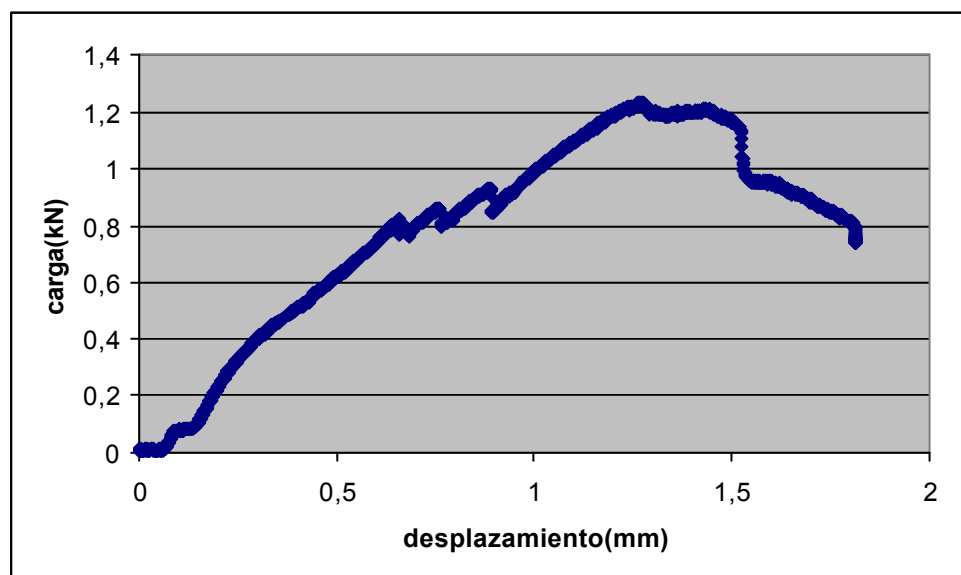


Figura 3.25 curva carga-desplazamiento de la muestra 750-A-1 D

Para dar un ejemplo concreto, con las fórmulas dadas para obtener la resistencia máxima, sale una resistencia máxima inferior al límite elástico, lo que es ilógico.



En el 750-A-1 D también, se pueden notar tres pequeñas roturas en la curva para valores de carga aplicada entre 0,8 y 1 kN. La forma final de la curva es característica de una rotura frágil. Ni una de las cuatro curvas mostraba una forma convencional.

3.3.2 Caracterización de la fase austenítica

Se indentaba la fase austenítica, con el microscopio óptico conseguimos ver las zonas que a indentar, una de estas curvas se ve en la figura 3.22:



Figura 3.26: indentación en la austenita de la muestra 750-A-1 (X240)

La marca del indentador se ve a dentro del círculo en rojo. Los datos proporcionados por la máquina se resumen en la tabla 3.9:



Tabla 3.9: tabla de datos de SPT

Test	E medio	Dureza
	GPa	Vickers
1	235,46	548,87
2	219,52	520,88
3	226,37	535,80
4	212,47	515,69
5	207,87	453,39
6	213,27	458,86
7	214,08	450,70
8	199,51	455,89
9	217,43	466,37
10	214,95	472,12
Mean	216,22	489,64
Std. Dev.	10,38	39,95



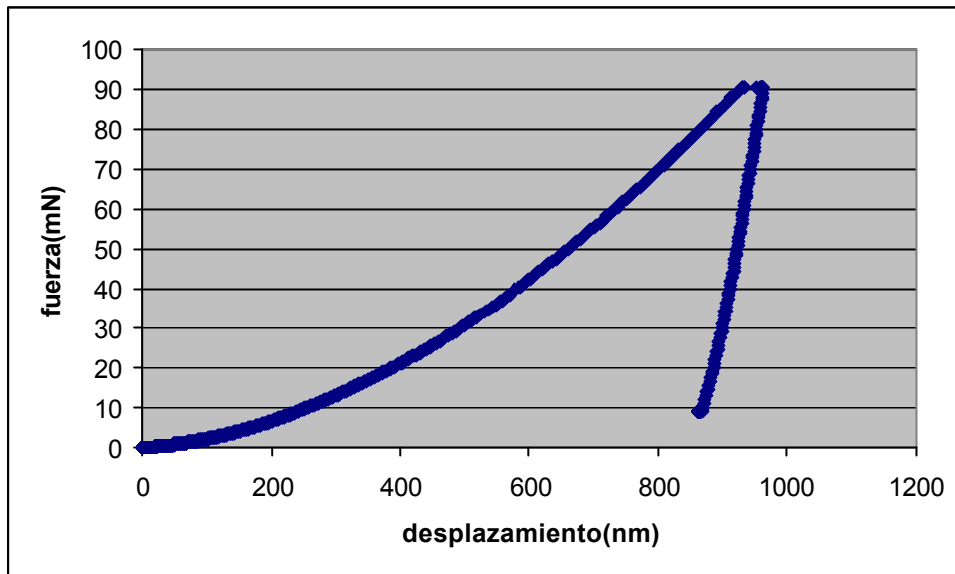


figura 3.27: curva fuerza desplazamiento de la austenita de la muestra 750-A-1 ensayo 10

Grafico la evolución de la dureza en función de la profundidad para ver la tendencia:

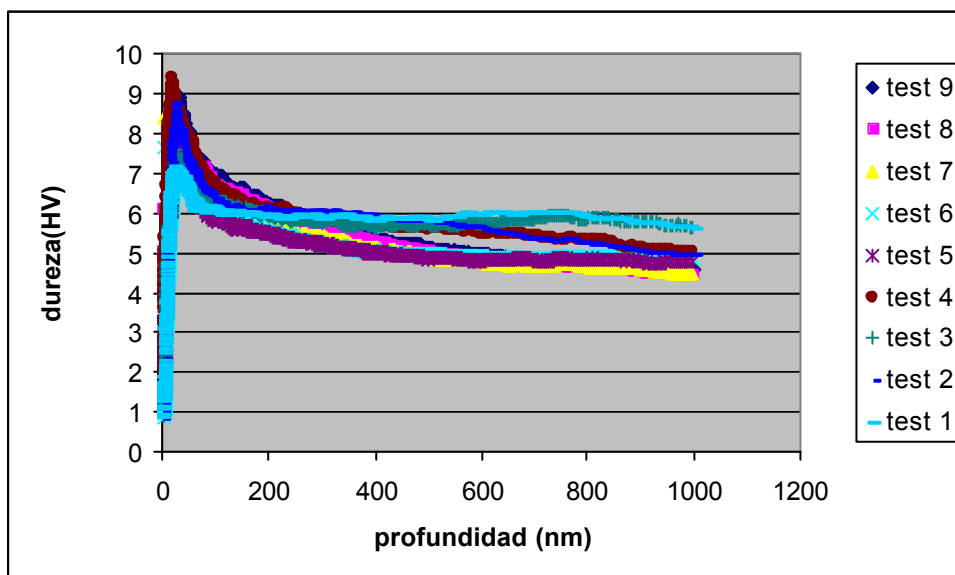


Figura 3.28: estabilidad de la dureza de la austenita de la muestra 750-A-1

La dureza sube hasta aproximadamente 9 Gpa antes de bajar y converger a valores entre 4,5 Gpa y 5,5 Gpa (417 y 509 HV). Este crecimiento de la dureza se explica por el efecto del pulido que produce un endurecimiento superficial en la superficie del material.



3.3.3 Caracterización de la fase ferrítica

Se indentaba también la fase ferrítica, con el microscopio óptico conseguimos ver las zonas indentadas (figura 3.29):

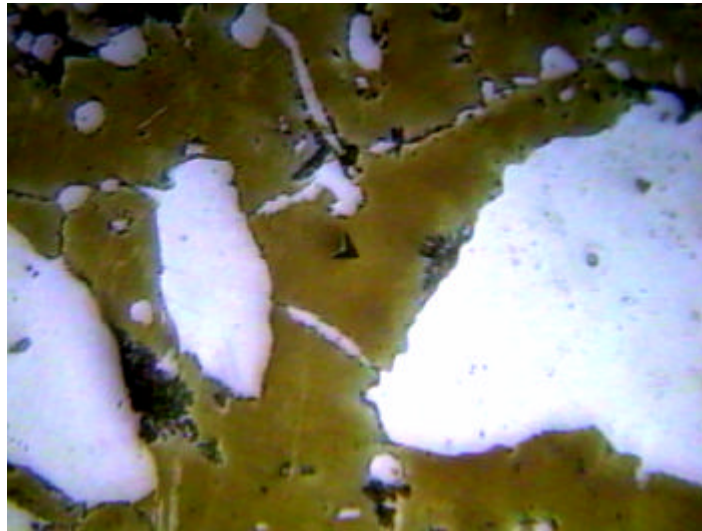


Figura 3.29: huella de indentación en la ferrita de la muestra 750-A-1 (X240)

Los datos proporcionados por la máquina esta vez fueron menores porque algunos ensayos (4, 6, y 8) no funcionaban como se esperaba.



Tabla 3.10: datos de Small Punch test:

Test	E medio	Dureza
	GPa	Vickers
1	217,82	464,79
2	218,54	477,96
3	228,99	449,59
4	****	#####
5	215,14	439,39
6	****	#####
7	215,52	438,56
8	****	#####
9	203,97	398,51
10	222,76	421,32
Mean	217,53	441,43
Std. Dev.	7,67	26,51

La curva de la dureza en función de la profundidad ha sido graficado, la tendencia queda la misma y la forma general es bien la de la ferrita de las otras muestras. Para la dureza, se ve claramente que la dureza de nuestra ferrita es inferior a la de la austenita



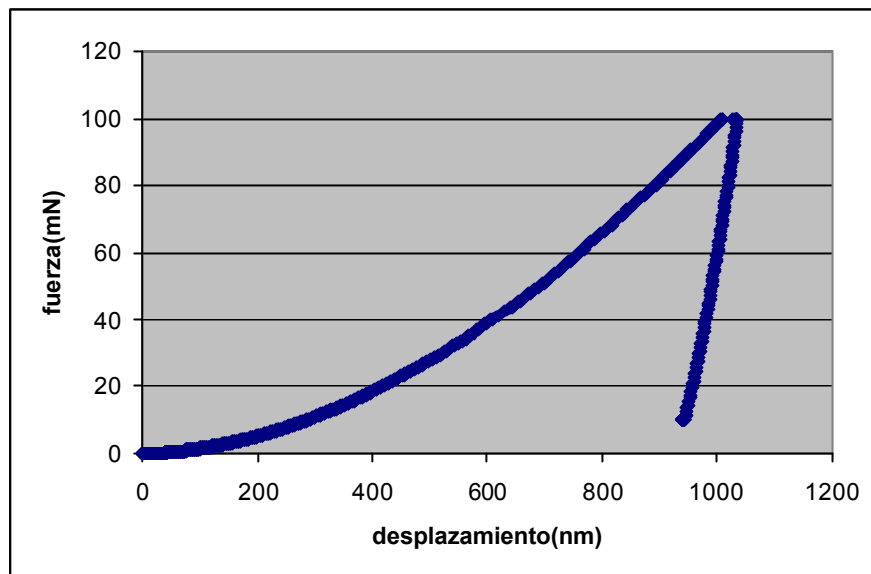


Figura 3.30: curva fuerza-desplazamiento de la ferrita de la muestra 750-A-1

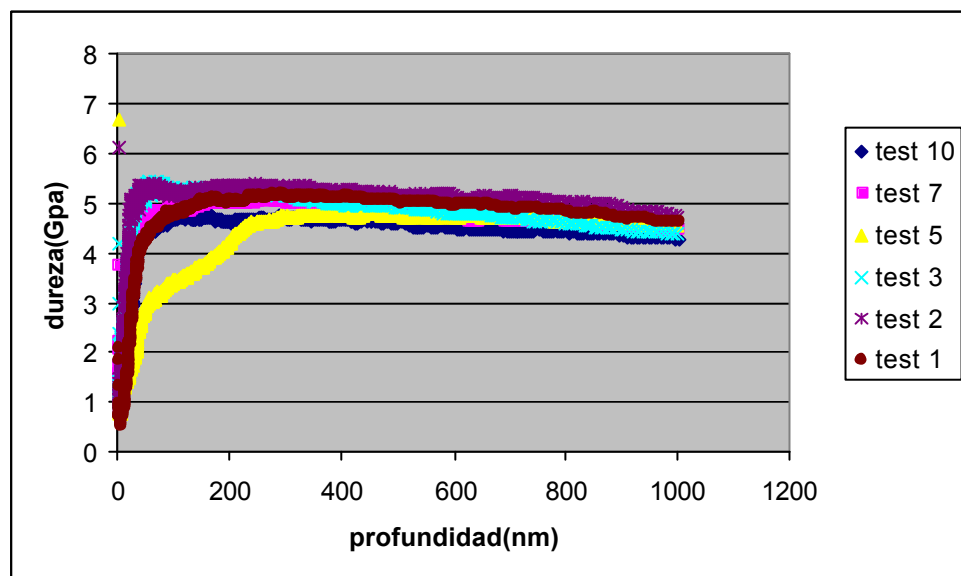


Figura 3.31: estabilidad de la dureza de la ferrita de la muestra de 750-A-1

Los valores convergen hacia valores entre 4,2 Gpa aproximadamente y 4.8, lo que representa valores entre 389 HV y 445 Vickers.



3.4 650-W-15

El 650-W-15 ha sido mantenido 15 minutos a 650°C y luego templado en agua. En estas condiciones, la mayoría de las fases intermetálicas las más perjudiciales no tienen tiempo para formarse.

3.4.1 Datos mecánicos del SPT

Los diferentes ensayos de *Small Punch Test* nos han dado informaciones sobre el límite elástico, la resistencia máxima y la deflexión máxima a partir de las dos muestras que teníamos del 650-W-15, valores obtenidos por medio de las fórmulas dadas en la segunda parte. Las curvas obtenidas para el 650-W-15 son convencionales lo que asegura que tiene buena ductilidad comparándola con los otros materiales. El 650-W-15, que puede ser una de las más dúctiles de nuestras muestras, da una curva continua.

Los datos proporcionados siguen en la tabla 3.11:

Tabla 3.11

	Límite elástico (Mpa)	Resistencia a máxima σ_m	deflexión máxima (mm)
650-W-15	832	1098	0,299
	825	1097	0,28
media	828	1097	0,2895
Std. dev	4,86	0,97	0,01



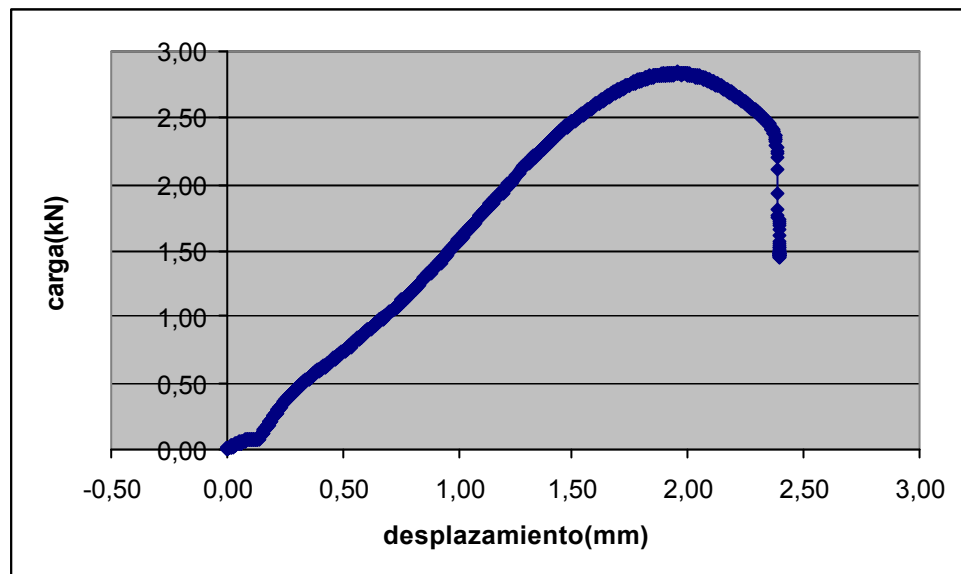


Figura 3.32: curva carga-desplazamiento de la muestra de 650-W-15 A

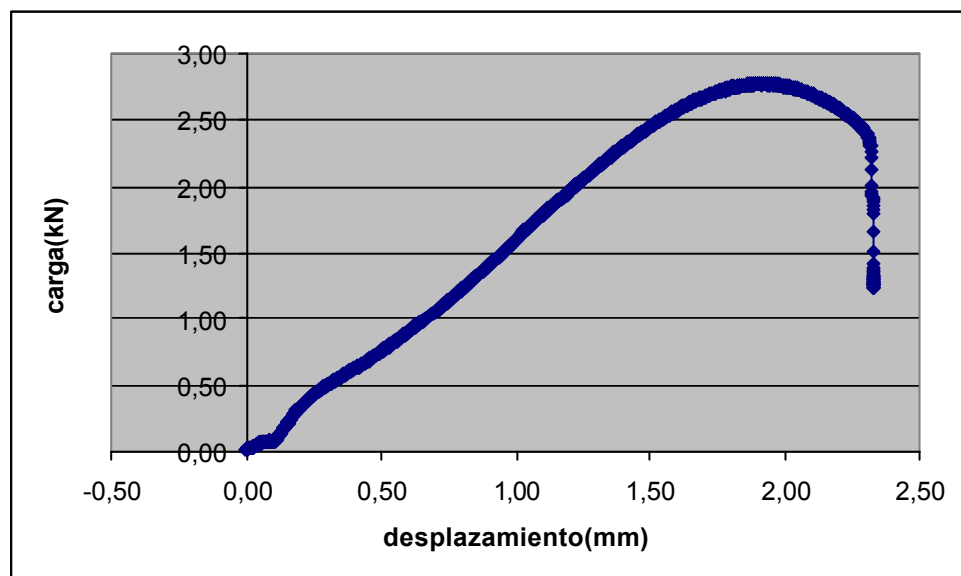


Figura 3.33: curva carga-desplazamiento de la muestra de 650-W-15 B

A continuación, se ven con el 650-W-15 unos ensayos de nanoindentación.



3.4.2 Caracterización de la fase austenítica

Se indentaba la fase austenítica, con el microscopio óptico conseguimos ver las zonas indentadas, una de estas curvas se ve en la figura 3.34

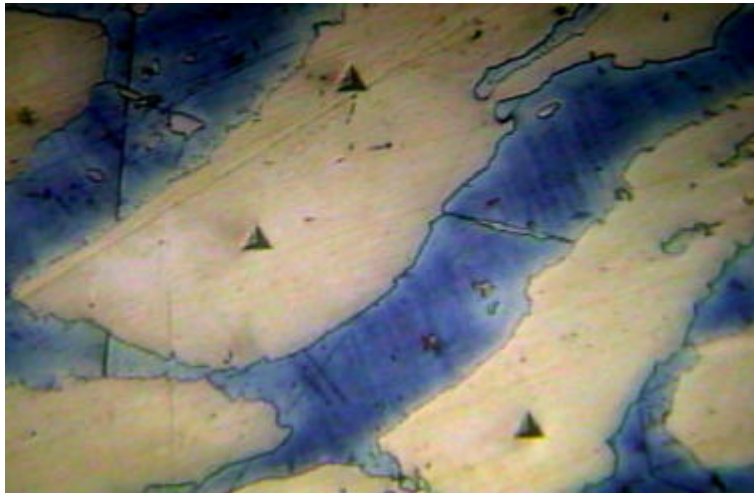


Figura 3.34: micrografía de indentaciones en la austenita de la muestra 650-W-15 (X 240)



Tabla 3.12

Ensayo	E medio	Dureza
	GPa	Vickers
1	202,96	469,24
2	204,35	468,78
3	183,97	430,86
4	****	#####
5	189,62	438,28
6	194,76	448,57
7	200,45	446,99
8	184,62	411,30
9	193,94	452,09
10	191,13	440,04
Mean	193,98	445,14
Std. Dev.	7,46	18,07



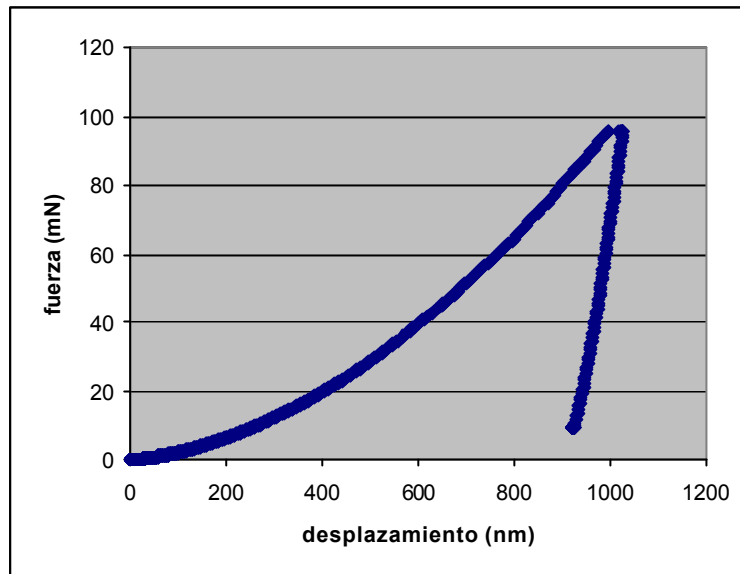


Figura 3.35: curva fuerza-desplazamiento de la austenita de la muestra 650-W-15

Estas primeras son casi las mismas que las de la austenita lo que es lógico para un modulo elástico. Grafico la dureza en función de la profundidad para ver la tendencia general.

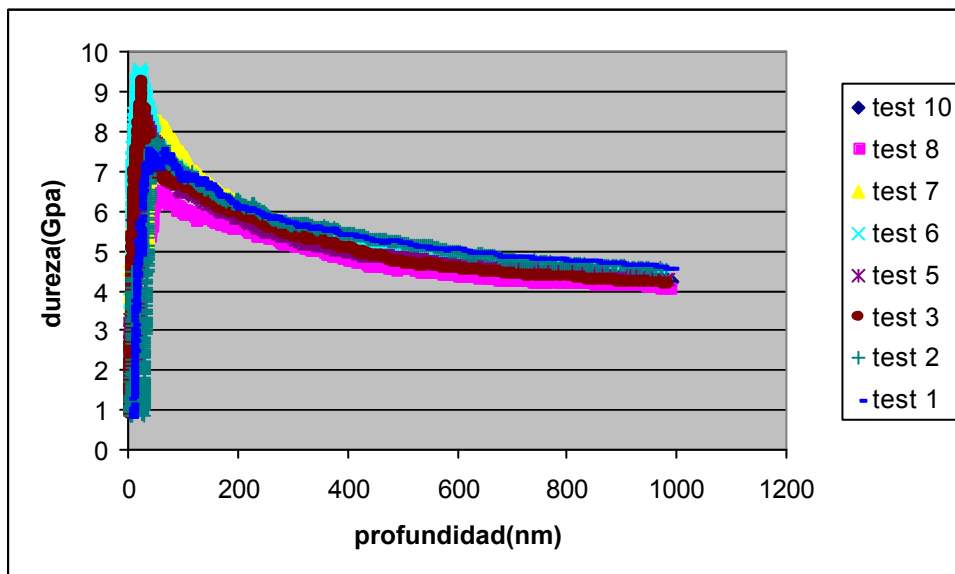


Figura 3.36: estabilidad de la austenita de la fase de austenita de la muestra 650-W-15

Como en todas las fases austeníticas la tendencia es la misma, la explicación es la misma con el efecto del pulido. Las curvas convergen a valores entre 4 GPa lo que representa aproximadamente 371 Vickers y 4,8 GPa (445 HV).



3.4.3 Caracterización de la fase ferrítica

Una foto de la fase ferrítica con las indentaciones 5 y 6 se ve en la figura 3.37:

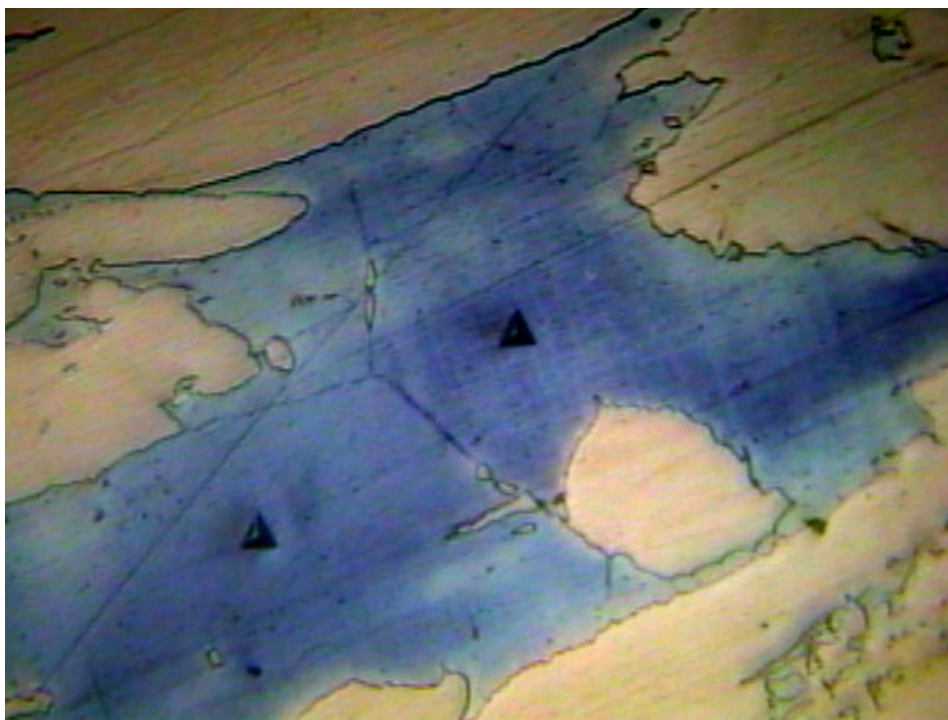


Figura 3.37: huellas de indentación en la ferrita de la muestra 650-W-15 (X 240)

Los datos proporcionados por la máquina son resumidos en la tabla 3.13:



Tabla 3.13

Ensayos	E medio	Dureza
	GPa	Vickers
1	198,79	388,32
2	203,31	412,32
3	199,35	393,60
4	187,02	382,10
5	191,79	388,59
6	201,48	420,95
7	204,02	405,09
8	200,02	401,85
9	202,70	413,34
10	199,85	410,93
Mean	198,83	401,66
Std. Dev.	5,38	12,97



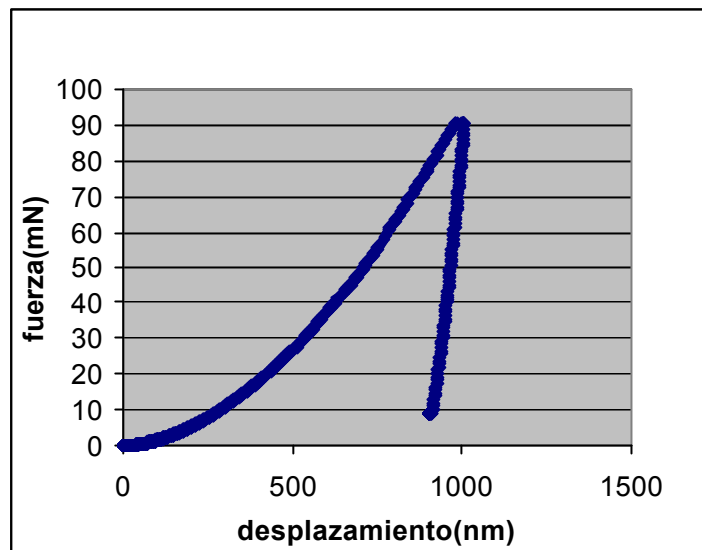


Figura 3.38: curva fuerza-desplazamiento de la ferrita de la muestra 650-W-15

Los módulos elásticos son casi los mismos que los de la austenita. Aquí también la austenita es más dura que la ferrita. Gráficoó la dureza en función de la profundidad para ver la tendencia general.

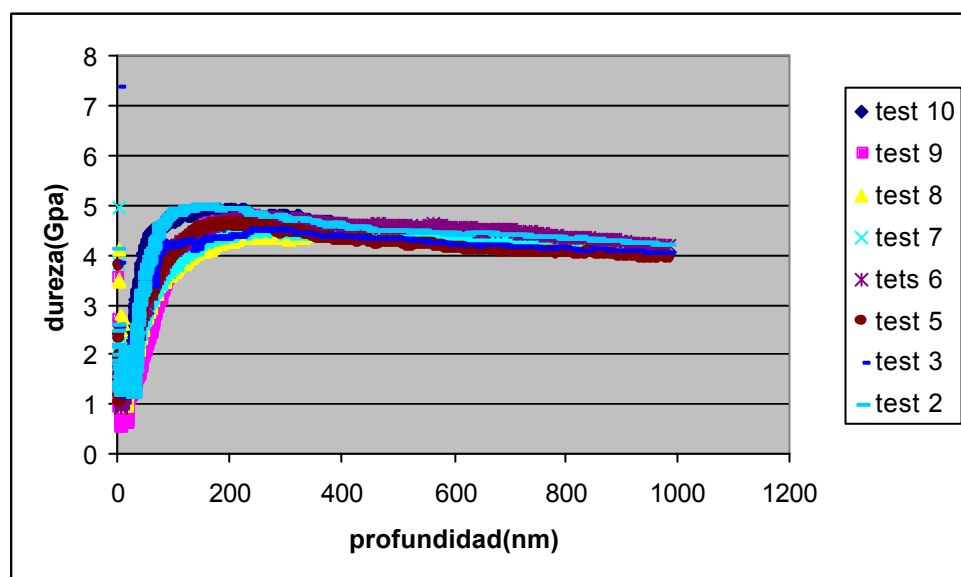


Figura 3.39: estabilidad de la dureza de la fase de ferrita en la muestra 650-W-15:

La forma general no da sorpresa, es característica de las ferritas de nuestro material. Las curvas convergen a valores entre 3,8 GPa es decir 351 Vickers y 4,4 GPa (407 HV).



3.5 Análisis fractográfica

3.5.1 600-A-3

El 600-A-3 es un material bastante frágil, la figura 3.40 muestra el material punzonado y la figura 3.41 es el mismo material con una magnificación X430. Se ve en el material observado unas zonas de rotura frágil.

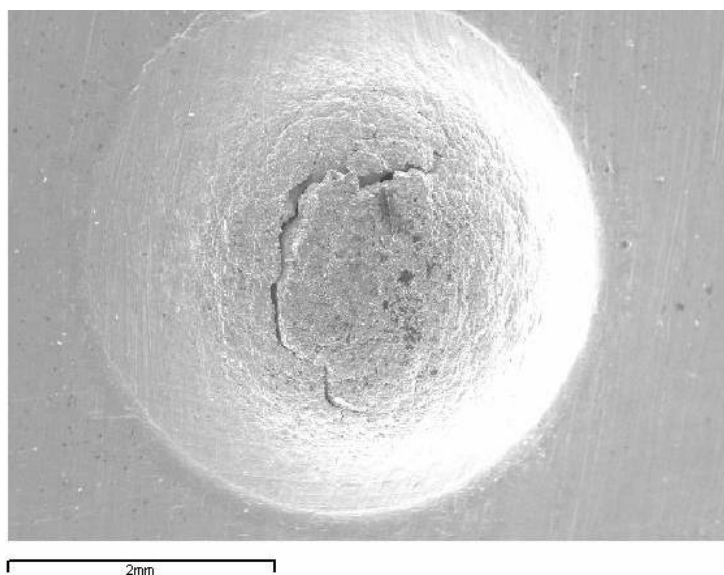


Figura 3.40: muestra de 600-A-3 punzonado (X22)

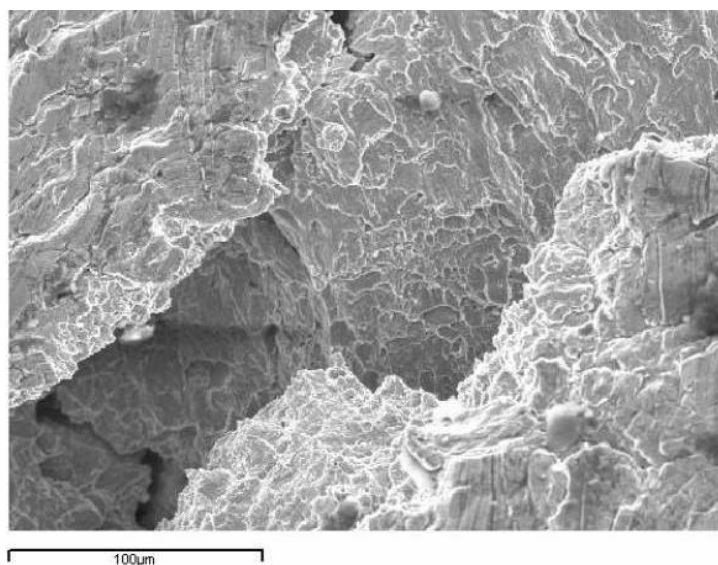


Figura 3.41: muestra de 600-A-3 punzonado (X430)



3.5.2 650-A-1

La muestra de 650-A-1 es ligeramente más dúctil que la de 600-A-3, la figura 3.42 muestra una fisura que se ha propagado menos. En la figura 3.43 se nota algunas zonas de rotura dúctil.

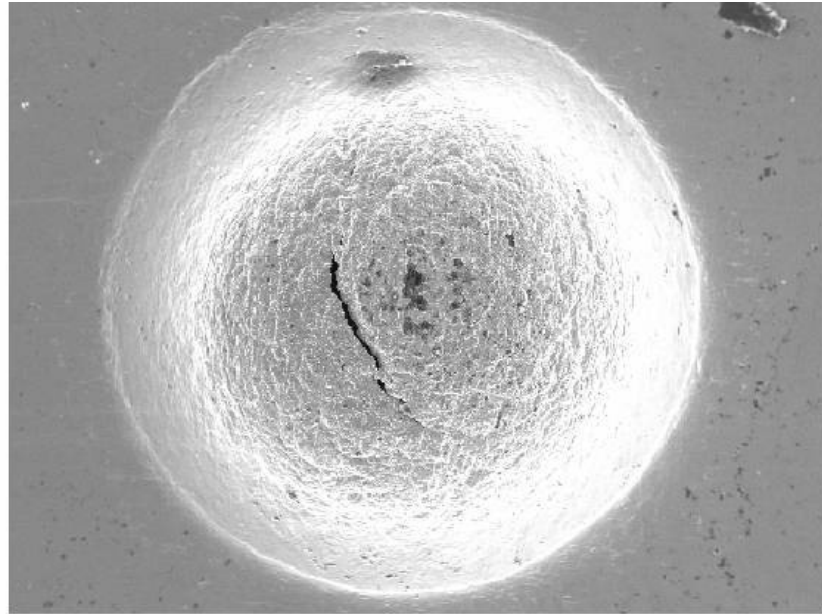


Figura 3.42: muestra de 650-A-1 punzonado (X22)

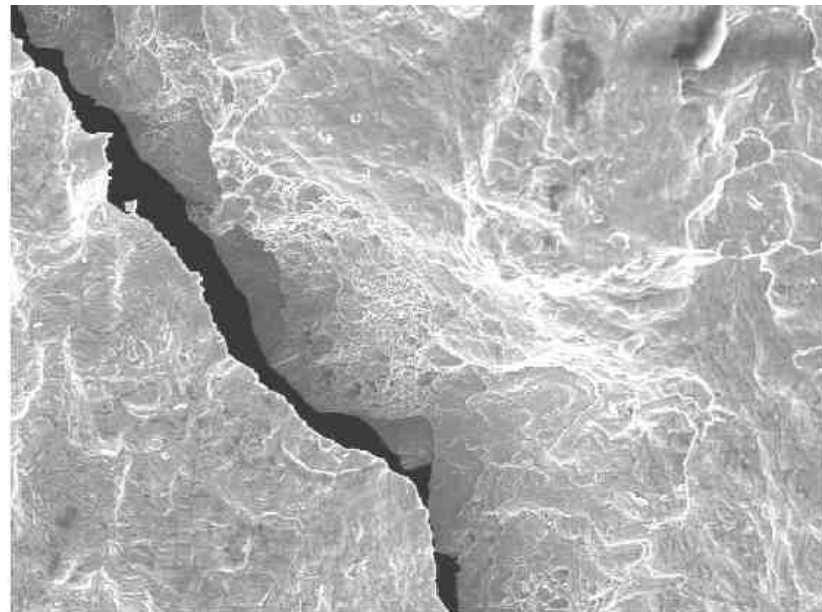


Figura 3.43: muestra de 650-A-1 punzonado (X430)



3.5.3 750-A-1

El 750-A-1 es el material más duro de todos, En la figura 3.44 se ve bien que el material se rompió de manera frágil. Una magnificación de la zona de rotura frágil se ve en la figura 3.45.

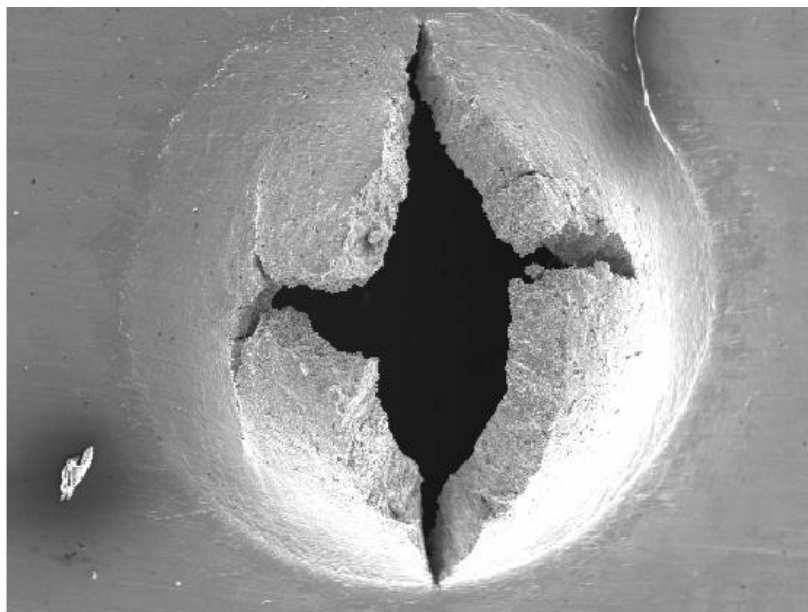


Figura 3.44: muestra de 750-A-1 punzonado (X22)

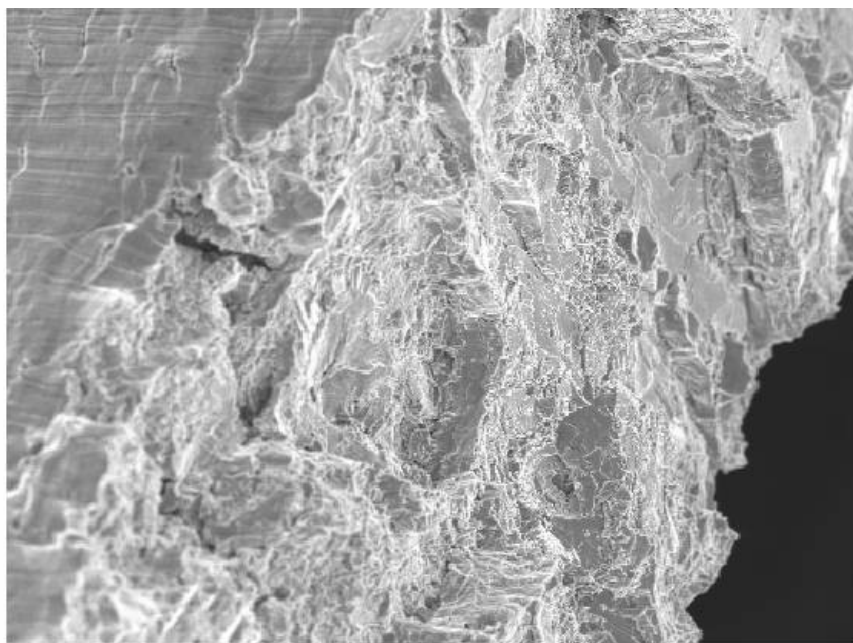


Figura 3.45: muestra de 750-A-1 punzonado (X430)



3.5.4 650-W-15

El 650-W-15 es el más dúctil de los materiales estudiados, la zona de la rotura se ve con una magnificación X22 en la figura 3.46, y con una magnificación X430 en la figura 3.47.

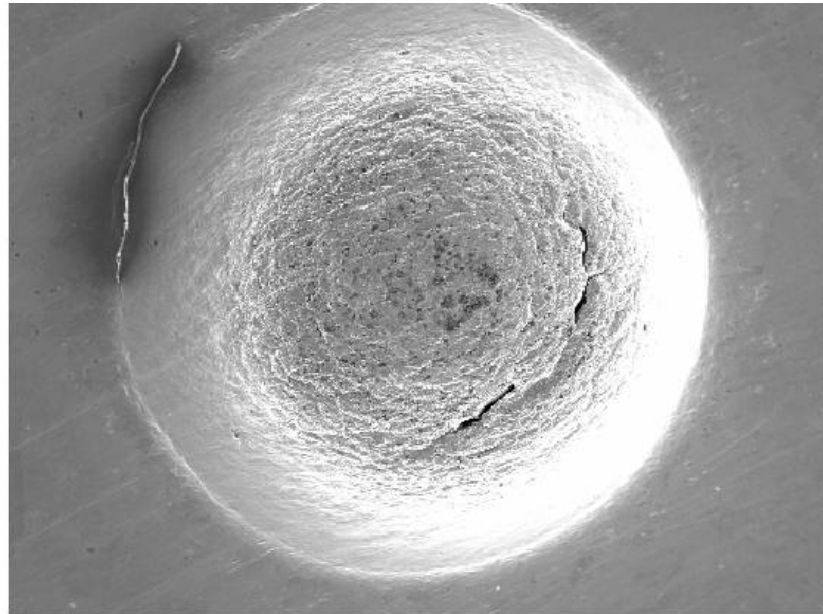


Figura 3.46: muestra de 650-W-15 punzonado (X22)

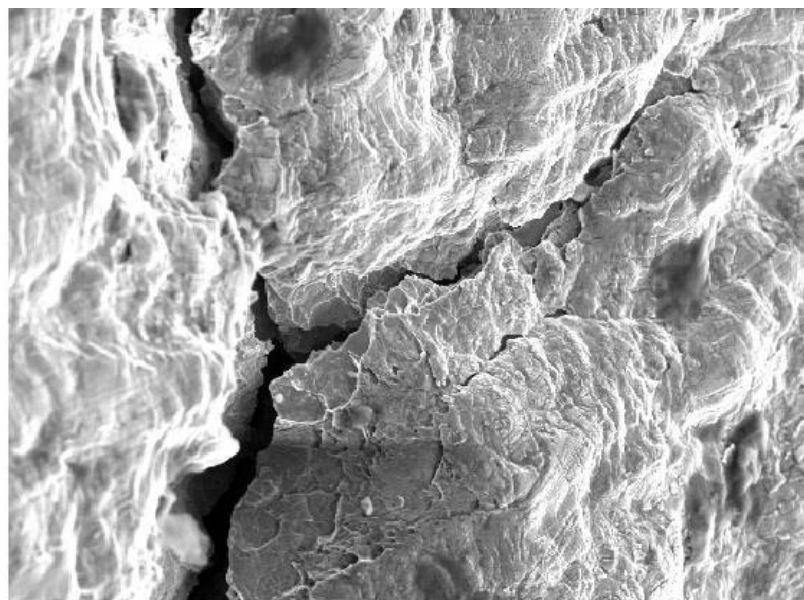


Figura 3.47: muestra de 650-W-15 punzonado (X430)



3.6 DISCUSION

En el grafico de la figura 3.48, se comparan los valores de s_y y de s_m para los diferentes materiales estudiados.

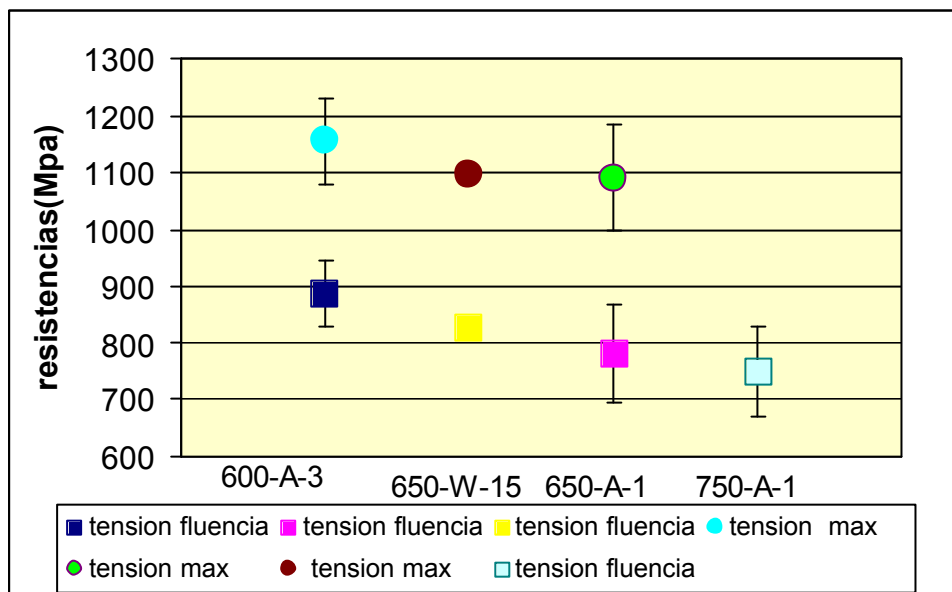


Figura 3.48: comparación de los valores de resistencias s_y y de s_m

El 600-A-3, que ha sido a la temperatura la más baja de todas las muestras, es el material que tiene los mayores valores de resistencias porque su tratamiento fue el menos severo, lo que da lugar a pocos compuestos intermetálicos. El 750-A-1, cuando se trata de resistencia elástica es el peor, no tengo suficiente datos microestructurales (presencia de fases) para identificar las causas de este baja resistencia elástica.

El 650-W-15 y el 650-A-1 que fueron ambas a 650 durante 15 minutos y una hora respectivamente tienen características cercanas. La diferencia se sitúa en el templado y el tiempo de mantenimiento, que han afectado menos el 650-W-15 que fue tratado solo 15 minutos y templado al agua, lo que no da tiempo a las fases perjudiciales de afectar realmente las propiedades.

En términos de deflexiones, el gráfico siguiente da una idea clara de la tendencia general:

El 600-A-3 es el menos dúctil de los materiales, tiene casi 15% menos de deformación máxima que el 650-W-15 y el 650-A-1 que tienen valores cercanos por las mismas



razones que citadas antes. La ductilidad y la dureza van en sentidos opuestos generalmente en materiales, el más duro es el menos dúctil y el 600-A-3 no hace excepción a esta regla.

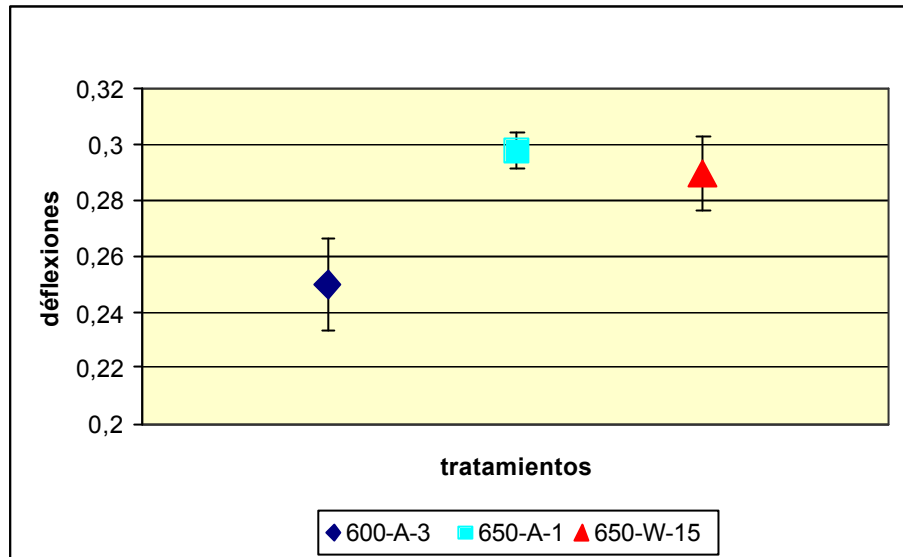


Figura 3.49: comparación de valores de deflexiones máximas.

Hablamos ahora de las diferentes fases de nuestros materiales, el módulo elástico es una función de las fases, como las fases tienen módulos bastante similares, los valores son casi los mismos, tomando en cuenta los errores.

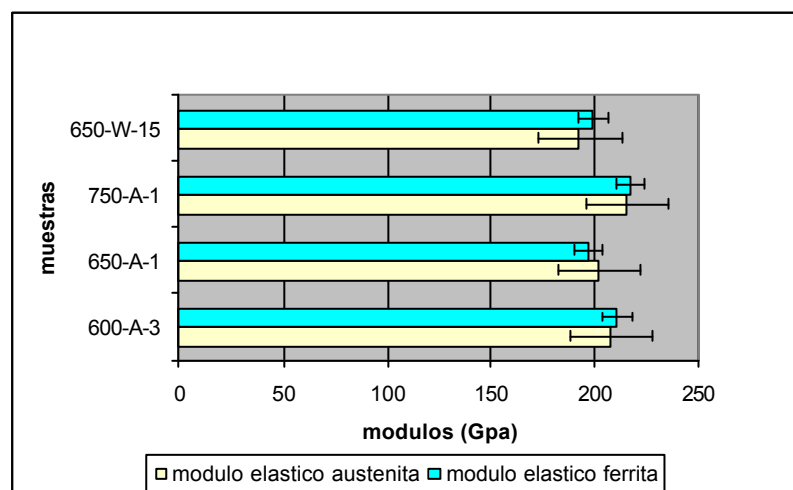


Figura 3.50: comparación de valores de módulos elásticos de ferrita y austenita



Cuando se trata de dureza, no se debe tomar en cuenta los valores medios que son más altos que deberían por efecto del pulido. Entonces si tomamos los valores finales a las cuales convergen las curvas, obtenemos datos más coherentes. Ya que las diferencias de dureza al principio del ensayo a favor de la austenita se explican por un efecto de endurecimiento debido al nitrógeno.

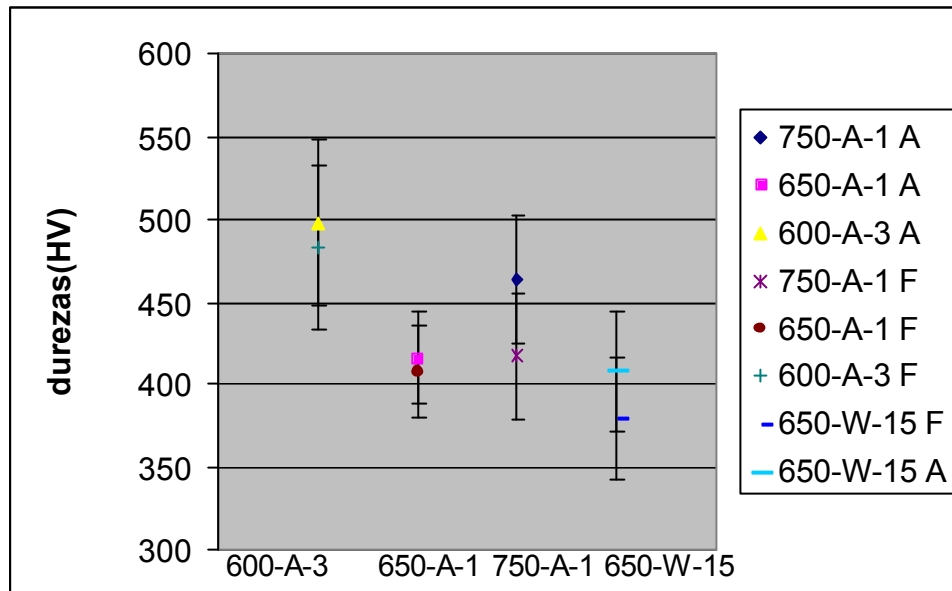


Figura 3.51: comparación de valores de durezas de ferrita (F) y austenita (A)

Estos son valores medios, muestran que todas las durezas se sitúan entre 350 y 500 HV, el 600-A-3 tiene la mayor dureza y la deflexión máxima la más baja, lo que es lógico. En el 750-A-1, la diferencia entre la dureza de la austenita y la de la ferrita es bien marcada, hemos visto que el valor medio de dureza más alto es para la austenita (600 HV). Eso significa que su superficie se endurecía más que en las otras muestras y eso es debido al efecto del nitrógeno también.







Conclusión

En este proyecto, hicimos la investigación de las propiedades mecánicas del SAF 2507 recocido en el rango de temperatura 600-750°C. Las informaciones siguientes son las más relevantes:

- El 600-A-3 es el material que tiene el mejor perfil de resistencias a tracción pero tiene la peor ductilidad de las cuatro muestras, es el más duro. El tratamiento térmico del 750-A-1 es el más severo, el mantenimiento de una hora a 750 da tiempo a las fases perjudiciales para formarse, no han sido identificadas por MET por razones técnicas.
- Según los datos de Small Punch Test, las principales propiedades tensiles (s_y y s_m) bajan con la severidad del tratamiento térmico, mientras la fragilidad aumenta con la severidad del tratamiento térmico. Las observaciones con el MEB han mostrado que el 750-A-1 es el más duro de los materiales aunque el 650-W-15 es el más dúctil. El 600-A-3 es frágil también pero ha sido menos fragilizado que el 750-A-1. El 650-A-1 tiene propiedades intermedias. Las estimaciones del SPT fueron buenas, la determinación de los valores de resistencias (s_y y s_m) fue hecha con más precisión para el material más dúctil, el 650-W-15 (desviación estándar <1). Se puede concluir que los datos proporcionados por el Small Punch Test son más fiables para materiales dúctiles.
- Los valores de durezas de fases eran previsibles en general, excepto para el 600-A-3. El 750-A-1 con su tratamiento térmico severo tiene fases más duras comparándolas con las del 650-A-1 y del 650-W-15. La dureza de la austenita del 600-A-3 es la más alta, más que las durezas de las fases de austenita de las otras muestras. El 600-A-3 fue mantenido tres horas durante el tratamiento de recocido, dando tiempo para formarse a una fase dura que podría ser identificada con el TEM.





Agradecimientos

A mi tutor el Sr. Antonio Mateo, profesor en el departamento de Ciencias de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica de la E.T.S.E.I.B.

A Tomás Otarola, su doctorando con quien trabajé, por toda la ayuda intelectual y su enorme paciencia en la corrección de este informe.

Un agradecimiento particular a Nuria Salán por su inestimable ayuda tanto en los ensayos de “Small Punch Test” como en la corrección de mi proyecto.

A José Maria Manero por la ayuda prestada en las observaciones con el Microscopio electrónico de transmisión.

A Montse Marsal por las observaciones de Microscopio Electrónico de Barrido.

A Adrián Feder por su ayuda en las manipulaciones de la cortadora en ausencia de Tomás. Al Sr. Emilio Jiménez por su ayuda con el proceso de nanoindentación.

A Xavi Parejo por sus consejos para la elaboración de este informe.

A María Corzo por su asesoramiento en las manipulaciones.

Gracias a todo el personal del departamento de fractura y fatiga.

Agradezco a SANDVIK por la cesión de las placas de acero dúplex con las cuales hice mi proyecto. Para acabar, gracias a todos mis compañeros, franceses, suecos y otros, con los que he compartido buenos y malos momentos, por la compañía durante el trabajo y las pausas.

Dedico este proyecto a toda mi familia por todo el apoyo durante los momentos en que me sentía solo.





Bibliografía

1. X. Mao, J. Kameda J.MaterSci, 26 (1991), 2436.
2. Mao, X., Saito, M, and Takahashi, H. Scripts metallurgica et Materiala, Vol. 25, pp. 2481-2485, 1991, Printed in U.S.A.
3. Giel Notten(DSM Engineering Stamicarbon, the Netherlands), Application of dúplex stainless steel in the chemical process industry.
4. L.F. Garfias-Mesias, J.M. Sykes and C.D.S. Tuck. *Corrosion Science* **38** (1996), p. 1319
5. E. Angelini, B. De Benedetti and F. Rosalbino. *Metallurgia Italiana* **88** 5 (1996), p. 339.
6. B.W. Oh, I. Kim, S. Kwon, S.H. Hong, Y.G. Kim, in: Proc. Conference "Innovation of stainless steel", Florence, October 1993, vol. 3, Associazione Italiana Metallurgia, 1993, p. 59
7. Hertzman, T. Huhtala, L. Karlsson, J.O. Nilsson, M. Nilsson, R. Jargelius-Pettersson and A. Wilson. *Materials Science and Technology* **13** 7 (1997), p. 604
8. Wilson and J.O. Nilsson. *Scandinavian Journal of Metallurgy* **25** (1996), p. 178.
9. Corrosión y protección: ediciones UPC, Luis Bilurbina Alter, Francisco Liesa Mestres, José Ignacio Iribarren Laco
10. Super duplex stainless Steel_ J.-O Nilsson, AB Sandvik Steel, Sandviken, Sweden, paper presented in materials Science and technology, august 1992, vol. 8, 685-700.
11. <http://nemo.univalle.edu.co/~cim/propiedades%20mecanicas.html>
12. S. Floreen, H. W. Hayden and T. M. Devine, Cleavage Initiation in Fe-Ni Alloys, Metall. Trans.
13. Hertzman, R. Pettersson, K. Frisk and T. Jerwin: 6th World Duplex 2000 AIM Conf., AIM, Milano, (2000).



14. S. Hertzman, W. B. Hutchinson and E. Lindh: Mechanisms of nucleation and growth of austenite in duplex stainless steels (EN 1.4462). Contribution to the Swedish/French Seminar on Stainless Steels and Powder Metallurgy, Le Creusot, Report Swedish Institute for Metals Research IM-3687, (1998).
15. L.LLanes, M. Gómez, L. Iturgoyen, A. Mateo y M. Anglada: Evaluación del uso de la técnica del punzonado de probetas pequeñas para la determinación de parámetros de la fractura de aceros inoxidables austero-ferríticos.

